

Bernd Hamann

Beitrag zur Erzeugung hoher Temperaturen in anorganisch-nichtmetallischen Stoffen durch kapazitive Hochfrequenzerwärmung

URN: urn:nbn:de:gbv:ilm1-2018300038

Retrodigitalisierung der gleichnamigen Ausgabe:

Erschienen: Ilmenau, Technische Hochschule, Dissertation, 1989
Umfang: 143 Bl. : Ill., graph. Darst.
Enthält außerdem: Thesen
Digitalisierung durch: Universitätsbibliothek Ilmenau / ilmedia
Digitalisierungsjahr: 2018
Format: TIFF, 300 DPI, 8 BPP

Beitrag zur Erzeugung hoher Temperaturen in
anorganisch-nichtmetallischen Stoffen durch
kapazitive Hochfrequenzerwärmung

D i s s e r t a t i o n (A)

zur Erlangung des akademischen Grades
Doktor der Ingenieurwissenschaften (Dr.-Ing.)

Eingereicht bei der Fakultät für Technische
Wissenschaften des Wissenschaftlichen Rates
der Technischen Hochschule Ilmenau

von Diplomingenieur Manfred Bernd Hamann
geb. am 19.12.1957 in Zittau

Gutachter:

Prof.Dr.-Ing.Dr.oec. D. Hülseberg

Prof.Dr.sc.techn. W. Reiß

NPT Dr.-Ing. H.-J. Illig



EE 8 28 = 28

eingereicht: Ilmenau, den 14. März 1988

verteidigt: Ilmenau, den 18. Jan. 1989

Autorreferat

Hamann, Bernd:

Beitrag zur Erzeugung hoher Temperaturen in anorganisch-nichtmetallischen Stoffen durch kapazitive Hochfrequenzerwärmung, Dissertation (A)/ Ilmenau: Technische Hochschule, 1988.- 143S.: 46 Abb.- 73 Tab.

Gegenstand der Arbeit ist es, das Verfahren der kapazitiven Hochfrequenzerwärmung im Hochtemperaturbereich anzuwenden. Dabei besteht das Ziel darin, Rohstoffgemische (Gemenge) mit verdampfenden Bestandteilen zu schmelzen, die danach eine Weiterverarbeitung z. B. zu Substratscheiben von Mikrowellenoszillatoren oder zu Festkörperdotierquellen für die Mikroelektronik sowie zu bioaktiven Implantatwerkstoffen erfahren. Basierend auf den dargelegten physikalischen Verfahrensgrundlagen und den elektrischen Eigenschaften der Gemenge im HF-Bereich erfolgen Berechnungen zum gerätetechnischen Aufbau der eingesetzten HF-Schmelzanlage (Arbeitsfrequenz 27,12 MHz). Zur Bestimmung von Frequenz- und Temperaturabhängigkeit der elektrischen Eigenschaften der Gemenge ist eine speziell geschaffene HF-Meßeinrichtung dokumentiert.

Aus dem Vergleich zwischen ermittelten elektrischen Gemengeeigenschaften, den sich auf Grundlage wärmetechnischer Berechnungen ergebenden Werten und den durchgeführten Schmelzversuchen kann prognostisch auf die Anwendbarkeit des Verfahrens geschlossen werden. Orientierende Versuche an geeigneten Phosphorquellscheiben- und Tricalciumphosphatgemengen weisen deren Erwärmbarkeit von Raumtemperatur bis zu hohen Temperaturen nach. Dabei wurden Temperaturen $> 1250^{\circ}\text{C}$ erzielt, die bei einer durchschnittlichen Aufheizgeschwindigkeit von $300 \dots 350 \text{ K} \cdot \text{min}^{-1}$ erreicht werden.

Inhaltsverzeichnis

Verzeichnis der wiederholt auftretenden Formelzeichen und Abkürzungen	5
Vorwort	7
1. Zielstellung der Arbeit	8
2. Begründung der Aufgabenstellung, Ableitung des Lösungsweges	9
3. Grundlagen der kapazitiven Erwärmung	13
3.1. Verhältnisse am Kondensator	13
3.2. Ohmsche Leitfähigkeit im Dielektrikum	15
3.3. Polarisierung	17
3.4. Verhalten der Dielektrika bei Erwärmung	21
3.5. Leistungsumsatz und physikalische Einflußgrößen	23
4. Eigenschaften der untersuchten Gemenge	27
4.1. Zusammensetzung	27
4.2. Herstellung von Gemengetabletten	27
4.3. Vorbehandlung	28
4.4. Bestimmung elektrischer Eigenschaften	29
4.4.1. Meßtechnik im Frequenzbereich $10^3 - 10^6$ Hz	29
4.4.2. Meßtechnik im Frequenzbereich 10 - 100 MHz	30
4.4.3. Ermittlung der Temperaturabhängigkeit bei 27 MHz	32
4.4.4. Meßtechnik für Frequenzen 1 GHz und 2,5 GHz	34
4.4.5. Messung bei Gleichstrom	35
4.5. Meßergebnisse	36
4.5.1. Frequenzabhängigkeit der elektrischen Leitfähig- keit	36
4.5.2. Temperaturabhängigkeit der elektrischen Leit- fähigkeit	44
4.5.3. Vergleich zwischen den elektrischen Leitfähig- keiten der Gemenge bei 27 MHz	53
4.6. Gemengemodifizierung	55
5. Hochfrequenz-Schmelzanlage	56
5.1. Allgemeiner Aufbau	56
5.2. Gerätetechnische Ausführung der HF-Schmelz- anlage	57
5.2.1. HF-Leistungsgenerator	57
5.2.2. Leistungssteuerung	60
5.2.3. Abstimmereinheit und HF-Spannungsmessung	61
5.2.4. Schmelzkondensator	62
5.2.5. Temperaturmessung	67

5.3.	Anpassung des Arbeitsschwingkreises	68
5.3.1.	Berechnung elektrischer Kennwerte des Anodenschwingkreises	68
5.3.2.	Dimensionierung der Abstimmereinheit	70
5.3.3.	Übertragungsverhalten zwischen Anoden- und Arbeitsschwingkreis	72
5.3.3.1.	Allgemeine Anforderungen	72
5.3.3.2.	Bestimmung der normierten Kopplung	73
5.3.3.3.	Arbeitsspannung am Schmelzkondensator	75
6.	Verfahrensspezifische Voraussetzungen zur kapazitiven Erwärmung	80
6.1.	Anforderungen an die elektrischen Eigenschaften des Arbeitsgutes	80
6.1.1.	Aufstellung eines Berechnungsmodells	80
6.1.2.	Berechnungen im Bereich der Anfangserwärmung	81
6.1.3.	Abschätzung des weiteren Erwärmungsverlaufs	86
6.2.	Arbeitsgut im Schmelzkondensator	88
6.2.1.	Berechnungsgrundlage	88
6.2.2.	Zweischicht-Schmelzkondensator	88
6.2.3.	Dreischicht-Schmelzkondensator	90
6.3.	Leistungsumsatz im Schmelzkondensator	92
7.	Schmelzversuche	94
7.1.	Schmelzversuche in Ein- und Zweischicht-Schmelzkondensatoren	94
7.2.	Schmelzversuche im Dreischicht-Schmelzkondensator	99
7.3.	Bewertung der Ergebnisse	102
8.	Weiterführung der Arbeiten	105
9.	Zusammenfassung	108
	Literaturverzeichnis	110
	Anlagen	114
	Anlage 1: Meßwerte BVK-Gemenge	114
	Anlage 2: Meßwerte SMO-Gemenge	119
	Anlage 3: Meßwerte TCP-Gemenge	124
	Anlage 4: Meßwerte BQ-Gemenge	128
	Anlage 5: Meßwerte PQ-Gemenge	133
	Anlage 6: Spezifischer elektrischer Widerstand von BVK-Gemenge	139
	Anlage 7: Spezifischer elektrischer Widerstand von SMO-Gemenge	140
	Anlage 8: Masseverlust (TG) der Gemenge	141
	Anlage 9: Aufbau des Topfkreises	142

Verzeichnis der wiederholt auftretenden Formelzeichen und Abkürzungen

Einige der im Verzeichnis aufgeführten Formelzeichen können mit weiterer Indizierung auftreten.

A ₁	- Fläche des Arbeitsgutes
ASE	- <u>Ab</u> stimmeinheit
B _p	- Blindleitwert
BQ	- Gemenge des Ausgangsglases von <u>Bor</u> quellscheiben
C	- Bauelement Kondensator
C _L	- Kapazität einer Luftschicht
C _o	- Kapazität eines Vakuumkondensators
C _p	- Kapazität der Probe (des Arbeitsgutes)
C _{pk}	- Korrigierter Meßwert der Probenkapazität
C _s	- Strahlungskoeffizient
C _s	- Schmelzkondensator
D	- Änderung der Leitfähigkeit α_f pro Kelvin (Anstieg)
E ₁	- HF-Feldstärke im Arbeitsgut
E _d	- Kritische Feldstärke (Durchschlagsfestigkeit)
E _z	- HF-Feldstärke in einer festen Zwischenschicht
G _p	- Verlustleitwert
G(ω)	- Frequenzabhängiger Leitwert
HF	- Hochfrequenz
K	- Normierte Kopplung
P	- Wirkleistung
PQ	- Gemenge für SGPM von <u>Phosphor</u> quellscheiben
Q	- Güte
Q _{1L}	- Leerlaufgüte Anodenschwingkreis
Q _{1B}	- Betriebsgüte Anodenschwingkreis
Q _{2L}	- Leerlaufgüte Arbeitsschwingkreis
Q _{2B}	- Betriebsgüte Arbeitsschwingkreis
R	- Bauelement Widerstand
R _p	- Wirkwiderstand der Probe (des Arbeitsgutes)
R _{pk}	- Korrigierter Meßwert des Probenwirkwiderstandes
R _w	- Wärmewiderstand
SGPM	- <u>Schmelz</u> gegossenes <u>polykristallines</u> <u>Material</u>
SMO	- Gemenge des Ausgangsglases von <u>Substrats</u> scheiben für <u>Mikrowellen</u> oszillatoren
T	- Thermodynamische Temperatur (Kelvintemperatur)
TCP	- Gemenge für <u>Tricalcium</u> phosphat
TK...	- Temperaturkoeffizient von ...
TWB	- <u>Temperatur</u> wechselbeständigkeit
U	- Effektivwert der HF-Spannung
U _{cs}	- HF-Arbeitsspannung am Schmelzkondensator C _s
U _h	- Höckerspannung eines Bandfilters
Y	- Admittanz (Leitwertoperator)
VES	- Vollelektrische Glasschmelztechnologie
ZS	- Zwischenschicht

b_1	- Knotenbreite ohne Probe
b_p	- Knotenbreite mit Probe
c_1	- Spezifische Wärme des Arbeitsgutes
d	- Durchmesser der Gemengetablette
f	- Frequenz
h_1	- Höhe des Arbeitsgutes
h_L	- Höhe der Luftschicht
h_Z	- Höhe der Zwischenschicht
k	- Koppelfaktor
l	- Probenlänge
m_{eigen}	- Anpassungsfaktor der Meßleitung
n	- Verstimmung
p	- Spezifische elektrische Leistung (Leistungsumsatz)
t	- Zeit
$\tan \delta$	- Verlustfaktor
$\tan \delta^*$	- Korrigierter Verlustfaktor zuzüglich Meßgerätefehler
w	- Windungszahl
α	- Wärmeübergangskoeffizient
ϑ	- Verlustwinkel
ϵ	- Komplexe absolute Dielektrizitätszahl
ϵ'	- Realteil der absoluten Dielektrizitätszahl
ϵ''	- Imaginärteil der absoluten Dielektrizitätszahl (dielektrischer Verlust)
ϵ_0	- Elektrische Feldkonstante
$\epsilon_r = \epsilon / \epsilon_0$	- Komplexe relative Dielektrizitätszahl
ϑ	- Celsiustemperatur
κ_{G1}	- Ohmsche Leitfähigkeit
κ_f	- Elektrische Leitfähigkeit (Gesamtleitfähigkeit)
$\kappa(f)$	- Wechselstromleitfähigkeit
λ	- Wellenlänge
λ_1, λ_2	- Wärmeleitfähigkeiten
s_1	- Dichte des Arbeitsgutes
τ	- Zeitkonstante
τ_D	- Relaxationszeit der Orientierungspolarisation
φ	- Phasenwinkel
ω	- Kreisfrequenz, Eigenfrequenz

Vorwort

Die vorliegende Arbeit wurde im Rahmen der Vertragsforschung mit dem VEB Werk für Technisches Glas Ilmenau, Pflichtenheft vom 11. Juni 1986, an der Sektion Gerätetechnik, Wissenschaftsbereich Glas/Keramik-Technik, der Technischen Hochschule Ilmenau angefertigt.

Die Leistungsstufe G4 /1/ wurde am 11. Februar 1988 erfolgreich verteidigt.

Dem Leiter des Wissenschaftsbereiches

Frau Prof.Dr.-Ing.Dr.oec. D. Hülsenberg

möchte ich für die ständige Unterstützung und die wertvollen Anregungen bei der Durchführung der Forschungsarbeiten besonders danken.

Sehr erfreut war ich über die Zusammenarbeit mit Dr. A. Rost, Martin-Luther-Universität Halle, Sektion Physik, der mir freundlicherweise einen automatischen Meßplatz zur Bestimmung elektrischer Eigenschaften im unteren HF-Bereich zur Verfügung stellte.

Den Kollegen Doz. Dr. G. Fuchs und Dr. H. Weißleder der TH Ilmenau, Sektion INTET, möchte ich für die gewährten Konsultationen danken.

Mein Dank gilt weiterhin Herrn Prof. Dr. E. Just vom Wissenschaftsbereich Technische Mechanik und Mechanismentechnik für die Anregungen und Unterstützung bei der Lösung wärmetechnischer Probleme.

Für die gewissenhaften Arbeiten beim Aufbau der HF-Schmelzanlage sowie der beheizbaren Meßzelle möchte ich den Meistern Koll. W. Gruner und Koll. G. Kaltwasser sowie den Kollegen der Sektionswerkstatt meinen Dank sagen.

1. Zielstellung der Arbeit

Aus dem Einsatz und der ständigen Neuentwicklung von angepaßten Werkstoffen (Sonderwerkstoffe) ergeben sich spezielle Anforderungen an ihre Herstellungsverfahren. Die aus nachfolgend aufgeführten Systemen herzustellenden Werkstoffe erfordern dazu hohe Temperaturen.

Spezielle Gläser, deren Zusammensetzung durch das System SiO_2 - TiO_2 - Al_2O_3 - CaO - MgO - CeO_2 charakterisiert wird, finden nach erfolgter Kristallisation Anwendung als Substratscheiben für Mikrowellenoszillatoren (SMO). Aus Gläsern des Systems SiO_2 - Al_2O_3 - B_2O_3 - MgO - BaO werden Borquellscheiben (BQ) und aus schmelzgegossenem polykristallinem Material des Systems P_2O_5 - Al_2O_3 - Ta_2O_5 - SiO_2 - La_2O_3 Phosphorquellscheiben (PQ) hergestellt. Der Einsatz derartiger Festkörperquellscheiben vereinfacht die Herstellung von Halbleiterchips und führt zu hohen Qualitätsparametern./30/

Innerhalb der Synthese von Biowerkstoffen wurde sowohl die Schmelze eines speziellen Glases (BVK) aus dem System SiO_2 - CaO - P_2O_5 - CaF_2 - Na_2O - MgO - K_2O als auch die Festkörperreaktion entsprechender Rohstoffe zu $\alpha - \text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ (TCP) untersucht. Diese Biowerkstoffe zeichnen sich dadurch aus, daß sie dem menschlichen Knochenmaterial ähnliche Eigenschaften aufweisen und mit der Knochen- und Muskelsubstanz ohne Komplikationen reagieren.

Die Synthese derartiger Sonderwerkstoffe erfordert den Einsatz von Rohstoffmischungen (Gemengen) sehr hoher Reinheit. Für den Herstellungsprozeß müssen kleine Mengengechargen (≈ 500 g) eingesetzt werden, um z. B. individuelle Formkörper zu schaffen oder überhaupt die geforderten Qualitätsparameter zu erreichen. Für den Schmelz- bzw. Reaktionsprozeß müssen Temperaturen bis hin zu 1650°C realisiert werden. Zwar gibt es bezüglich der Arbeitsatmosphäre keine besonderen Einschränkungen; allerdings darf sie nicht zur Verunreinigung des Werkstoffes führen. Bei der Schmelze des BQ-, BVK- und PQ-Gemenges sowie bei der Festkörperreaktion des TCP-Gemenges treten Verdampfungen von Gemengebestandteilen (P_2O_5 , B_2O_3) auf. Während dieser Verlust im Falle der BQ-, BVK- und TCP-Gemenge noch über die Rohstoffeinwaage kompensiert werden kann, verläuft die P_2O_5 -

Verdampfung aus dem PQ-Gemenge bereits ab 900 °C sehr heftig und nicht reproduzierbar.

Die Anforderungen an das zu entwickelnde Hochtemperaturverfahren innerhalb des Herstellungsprozesses der genannten Sonderwerkstoffe werden deshalb durch folgende Punkte charakterisiert:

- Erreichung der notwendigen Arbeitstemperatur bis 1650 °C entsprechend dem speziellen Gemenge
- Realisierung dieser Arbeitstemperatur bei möglichst hoher Aufheizgeschwindigkeit (zur Minimierung der Verdampfung)
- Eignung für diskontinuierlichen Betrieb unter Beachtung der Chargengröße

Die Forderung nach hoher Aufheizgeschwindigkeit hat für das TCP auch deshalb große Bedeutung, da der Anteil an gewünschter α - $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ -Kristallphase eine Funktion der Temperatur, der Glühzeit und der Aufheizgeschwindigkeit im Temperaturbereich oberhalb 1000 °C ist.

Um die genannten Forderungen zu erfüllen, muß bei der Entwicklung eines Hochtemperaturverfahrens für die Herstellung der aufgeführten Sonderwerkstoffe nach neuen technischen Lösungen gesucht werden.

2. Begründung der Aufgabenstellung, Ableitung des Lösungsweges

Gegenwärtig werden die oben aufgeführten Sonderwerkstoffe in einem mit MoSi_2 -Heizelementen bestückten Kammerofen (Kanthal-Super-Ofen) hergestellt. Die dazu notwendigen Arbeitstemperaturen um 1600 °C erfordern den Betrieb derartiger Öfen im Bereich der maximal erzielbaren Temperatur.

Durch Verdampfung von Gemengebestandteilen treten neben der außerordentlich hohen thermischen Beanspruchung zusätzliche Korrosionserscheinungen an den Heizelementen auf. Diese erreichen dadurch nur kurze Standzeiten. Als nachteilig erweisen sich die Importabhängigkeit bei MoSi_2 -Heizelementen sowie der Einsatz von Platin für die Reaktionsgefäße. Eine Herabsetzung der Arbeitstemperatur bei der Glasschmelze durch Läutermittel

ist bei den genannten Glassystemen nicht möglich. Sie stellen eine Quelle unzulässiger Verunreinigungen für die Gläser dar, so daß sich ihr Einsatz verbietet. Im Falle der Schmelze des BQ-Ausgangsglases, für evtl. weitere Optimierungsuntersuchungen und für die Neuentwicklung weiterer Sonderwerkstoffe bestehen Anforderungen an noch höhere Arbeitstemperaturen.

Da derartige Sonderwerkstoffe einsatzorientiert angewendet werden, bleibt ihr mengenmäßiger Einsatz beschränkt. Für die näher zu untersuchenden Werkstoffe sind dabei Produktionsvolumina in der Größenordnung einiger Kilogramm pro Jahr veranschlagt.

Unter Ausklammerung von Lichtbogen-, Plasma- und Elektronenstrahlöfen können Hochtemperaturaggregate mit Molybdän /3/, Tantal /4/ und Wolfram /5,6/ als metallische Heizleitermaterialien sehr hohe Temperaturen erzeugen. Weiterhin kommen noch nichtmetallische Heizleiter, wie Kohle /7,8/, Graphit /9/ und verschiedene Carbide /10/ in Betracht. Oben genannte Öfen sind in der angegebenen Literatur ausführlich beschrieben. Die aufgeführten Heizleitermaterialien müssen bei den benötigten Temperaturen vor Luftzutritt geschützt werden. Im allgemeinen arbeitet man dabei unter Schutzgas oder im Vakuum bei 0,1...0,001 Pa. Dem Einsatz derartiger Öfen stehen hohe Anlagenkosten, hoher Be- und Entsorgungsaufwand, hohe Forderungen an das Feuerfestmaterial und an die vorgeschriebene Ofenatmosphäre entgegen. In der Regel sind derartige Öfen für eine spezielle Aufgabe konstruiert worden, so daß sie nicht universell genutzt werden können.

Eine Erwärmungsart, bei der die Energieumsetzung im Arbeitsgut selbst erzielt wird, ist die Erwärmung mittels direktem Wechselstromdurchgang (50 Hz). Dieses Verfahren (VES) setzt einen geringen Widerstand des Arbeitsgutes voraus. Ist dieser bei Raumtemperatur zu hoch, erfolgt unter Anwendung einer zusätzlichen Gas- oder elektrischen Strahlungsheizung eine Vorwärmung des Arbeitsgutes. Dadurch ist es möglich, einen Zustand ausreichend hoher Leitfähigkeit zu erreichen, der den direkten Stromdurchgang ermöglicht. Die kleinchargige Herstellung von Sonderwerkstoffen sowie die geringe ohmsche Leitfähigkeit der Gemenge steht diesem meist kontinuierlich betriebenen Erwärmungsverfahren entgegen.

Für Stoffe mit ungenügender ohmscher Leitfähigkeit ergibt sich

die Möglichkeit, diese im Hochfrequenzfeld zu erwärmen. Mit zunehmender Frequenz zeigt sich in der Regel eine Zunahme der elektrischen Leitfähigkeit. Bei genügend hohen Frequenzen können Verfahren der induktiven und der dielektrischen Hochfrequenzerwärmung angewendet werden.

Das Verfahren der induktiven HF-Erwärmung beruht auf der Wirkung des Magnetfeldes in dem zu erwärmenden Arbeitsgut. Die Energieumsetzung im Arbeitsgut erfolgt durch Wirbelströme. Die Anwendung der induktiven HF-Erwärmung zur Hochtemperaturbehandlung von anorganisch-nichtmetallischen Stoffen sind in /11,12,13/ näher beschrieben und als ausgereift anzusehen. Der Nachteil des Verfahrens besteht ähnlich dem VES-Verfahren darin, daß nichtmetallische Stoffe bei den Arbeitsfrequenzen von 0,1...10 MHz eine zu geringe Leitfähigkeit aufweisen. Zur Erzielung der benötigten elektrischen Leitfähigkeit müssen ebenfalls zusätzliche thermische Vorprozesse realisiert werden.

Die Verfahren der dielektrischen Erwärmung gliedern sich entsprechend den angewendeten Arbeitsfrequenzen in kapazitive HF-Erwärmung ($f = 10...300$ MHz) und in Mikrowellenerwärmung oberhalb 300 MHz. Die Energieumsetzung erfolgt bei beiden Verfahren durch die internen dielektrischen Verluste des Arbeitsgutes. Im angegebenen Frequenzbereich können nichtmetallische Stoffe entsprechend hohe elektrische Leitfähigkeiten erreichen, so daß Voraussetzungen für einen ausreichend hohen Leistungsumsatz vorhanden sind.

Die Probleme der Zuführung und Einkopplung der HF-Energie in das Arbeitsgut bedingen im Mikrowellenbereich den Einsatz von Strahleranordnungen oder Hohlraumresonatoren. Der dabei in das Arbeitsgut eindringende Teil des HF-Feldes wird entsprechend einer materialabhängigen Dämpfungskonstante mit zunehmender Arbeitguthöhe abgeschwächt. Durch Erwärmung und die daraus resultierende Erhöhung der Leitfähigkeit des Arbeitsgutes tritt eine weitere Verringerung der Eindringtiefe auf.

In Arbeitsgütern mit geringen Höhen (z.B. Papierbahnen /14/) und in kleinvolumigen Arbeitsgütern wird ein quasi - homogener Energieumsatz erzielt. So sind in /15/ erfolgreiche Glas-schmelzen beschrieben. Durch die geringe Masse des Arbeitsgutes von 2...5 g Glasfritte war es möglich, Temperaturen zwi-

schen 1200...1700 °C zu erreichen. Die maximalen Aufheizgeschwindigkeiten betrugen ca. $50 \text{ K} \cdot \text{s}^{-1}$ und wurden bei 2,4 GHz mit einer HF-Leistung von 200 W erreicht. Eine gleichmäßige Erwärmung voluminöser Arbeitsgüter ist durch Mikrowellenerwärmung jedoch nicht erzielbar.

Im Gegensatz dazu kann die kapazitive HF-Erwärmung im homogenen elektrischen Feld eines Kondensators erfolgen. Bei homogenen Arbeitsgütern ist im Kondensatorfeld der Leistungsumsatz in jedem Volumenelement annähernd gleich. Damit das Arbeitsgut eine genügend hohe Leitfähigkeit aufweist und bereits bei Raumtemperatur einen spürbaren Leistungsumsatz erreicht, sind Arbeitsfrequenzen über 10 MHz üblich. Nach /16/ wurden bereits dielektrisch betriebene Glasschmelzanlagen aufgebaut, die z.B. bei einer Arbeitsfrequenz von 75 MHz und 10 kW HF-Leistung ca. 100 cm^3 Glas schmelzen. Angaben über elektrische Eigenschaften oder chemische Zusammensetzungen der erschmolzenen Glasmenge existieren nicht. Vorschläge, eine Glaswanne dielektrisch zu betreiben und Glas kontinuierlich zu schmelzen, sind in /17/ enthalten.

Die kapazitive HF-Erwärmung bietet Voraussetzungen, anorganisch-nichtmetallische Stoffe mit geringer ohmscher Leitfähigkeit von Raumtemperatur an bis zu hohen Temperaturen zu erwärmen. Durch das lawinenartige Anwachsen der elektrischen Leitfähigkeit während des Erwärmungsvorganges kann mit progressiv steigenden Aufheizgeschwindigkeiten gerechnet werden. Während bei jeglicher Art indirekter Erwärmung die endliche Wärmeleitfähigkeit des Arbeitsgutes einer raschen Erwärmung Grenzen setzt, erfolgt der Leistungsumsatz bei der kapazitiven HF-Erwärmung in jedem Volumenelement des Arbeitsgutes selbst. Die höchsten Temperaturen treten damit theoretisch im Arbeitsgut auf. Somit bietet das Verfahren grundsätzliche Voraussetzungen zum Erreichen hoher Aufheizgeschwindigkeiten. Energetisch sehr vorteilhaft ist die örtliche Fixierung der Hochtemperaturzone auf das Arbeitsgut, so daß die bei Laboröfen übliche Erwärmung eines größeren Arbeitsraumes entfällt.

Die genannten Merkmale, die das Verfahren der kapazitiven HF-Erwärmung kennzeichnen, geben Anlaß, die Eignung dieses Verfahrens zur Erzielung hoher Temperaturen eingehend zu untersuchen. Die dabei auftretenden Anforderungen an die Beherr-

schung elektromagnetischer Felder im Hochspannungsbereich - verbunden mit hohen Temperaturen und der dazugehörigen Meßtechnik - verlangen einen umfangreichen Arbeitsaufwand. Die zu erwärmenden anorganisch-nichtmetallischen Stoffe sind bezüglich der Frequenz- und Temperaturabhängigkeit ihrer elektrischen Eigenschaften quantitativ zu analysieren sowie deren Eignung für die kapazitive Hochfrequenzerwärmung zu überprüfen. Die gegenseitige Abhängigkeit aller Einflußparameter erfordert eine komplexe Betrachtung des zu entwickelnden Erwärmungsverfahrens.

3. Grundlagen der kapazitiven HF-Erwärmung

3.1. Verhältnisse am Kondensator

Wird ein idealer, also verlustfreier Kondensator an ein elektrisches Wechselfeld angeschlossen, eilt der darin fließende Strom der Spannung um den Phasenwinkel $\varphi = -90^\circ$ voraus. Daraus resultiert nach Gleichung (3.01) zwar Blindleistung:

$$P_Q = U \cdot I \cdot \sin \varphi \quad ; \quad [P_Q] = \text{Var} \quad (3.01),$$

aber es wird keine Wirkleistung umgesetzt. Wird in diesen idealen Kondensator mit der nach (3.02) berechenbaren Kapazität C_0 (z.B. Plattenkondensator im Vakuum) ein Dielektrikum gebracht, erhöht sich die gespeicherte Ladung Q entsprechend Gleichung (3.03).

$$C_0 = \epsilon_0 A_1 / h_1 \quad (3.02)$$

$$Q = \epsilon_r' U C_0 \quad (3.03)$$

Das bedeutet, daß auch die Kapazität des Kondensators proportional mit der Erhöhung des Speichervermögens anwächst (3.04).

$$C_P = \epsilon_r' C_0 = \epsilon_0 \epsilon_r' A_1 / h_1 \quad (3.04)$$

Außer dieser Kapazitätserhöhung bewirkt das in das Kondensatorfeld gebrachte Dielektrikum eine Änderung der Winkellage

des der Spannung voreilenden Stromes. Der Phasenwinkel φ wird kleiner als -90° . Entsprechend dieser Abweichung wird zunehmend Wirkleistung (3.05) umgesetzt.

$$P = U \cdot I \cdot \cos \varphi ; \quad [P] = W \quad (3.05)$$

Den Ergänzungswinkel zum Phasenwinkel bezeichnet man als Verlustwinkel δ . Um die Verluste im Dielektrikum zu charakterisieren, gibt man vielfach den Verlustfaktor $\tan \delta$ an. Er berechnet sich aus dem Verhältnis von Wirk- zu Blindleistung des Dielektrikums (3.06) sowie nach (3.13).

$$\tan \delta = P/P_Q \quad (3.06)$$

Als elektrische Ersatzschaltung für diesen realen Kondensator läßt sich eine R-C-Parallelschaltung entsprechend Abbildung 1b angeben.

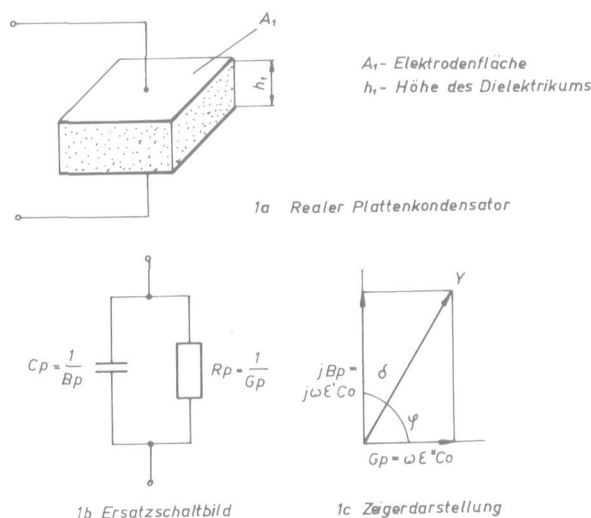


Abb. 1 Verhältnisse am realen Kondensator

Um die dielektrischen Eigenschaften eines solchen Kondensators mathematisch beschreiben zu können, wird mit (3.07) die komplexe absolute Dielektrizitätszahl $\underline{\epsilon}$ bzw. mit (3.08) die komplexe relative Dielektrizitätszahl $\underline{\epsilon}_r$ eingeführt.

$$\underline{\epsilon} = \epsilon' - j\epsilon'' ; \quad [\underline{\epsilon}] = A \cdot s \cdot V^{-1} m^{-1} \quad (3.07)$$

$$\underline{\epsilon}_r = \underline{\epsilon} / \epsilon_0 = \epsilon'_r - j\epsilon''_r \quad (3.08)$$

Führt man die Berechnung eines realen Kondensators mit der komplexen Dielektrizitätszahl aus, ergibt sich für dessen Admittanz (3.09 bis 3.10).

$$\underline{Y} = j\omega \underline{\epsilon}_r C_0 = j\omega C_0 (\epsilon'_r - j\epsilon''_r) \quad (3.09)$$

$$\underline{Y} = j\omega \epsilon'_r C_0 - j\omega (j\epsilon''_r C_0)$$

$$\underline{Y} = \omega \epsilon''_r C_0 + j\omega \epsilon'_r C_0 = G_P + jB_P \quad (3.10)$$

Damit wird die Ersatzschaltung in Abbildung 1 durch den Blindleitwert $B_P = \omega \epsilon'_r C_0$ bzw. $B_P = \omega \epsilon_0 \epsilon'_r A_1 / h_1$ und den Verlustleitwert $G_P = \omega \epsilon''_r C_0$ bzw. $G_P = \omega \epsilon_0 \epsilon''_r A_1 / h_1$ beschrieben. Zur Ermittlung des Phasenwinkels ist der Tangens des Quotienten aus Blind- und Verlustleitwert zu bilden (3.11).

$$\varphi = \arctan B_P / G_P \quad (3.11)$$

Der Verlustwinkel ergibt sich durch Gleichung (3.12), und der Verlustfaktor berechnet sich nach (3.13).

$$\delta = 90^\circ - \varphi = \arctan G_P / B_P \quad (3.12)$$

$$\tan \delta = G_P / B_P = G_P / \omega \epsilon'_r C_0 = G_P / \omega C_P = 1 / \omega C_P R_P = \epsilon''_r / \epsilon'_r \quad (3.13)$$

3.2. Ohmsche Leitfähigkeit im Dielektrikum

In Isolatorwerkstoffen ist allgemein die verbotene Zone zwischen dem Valenzband und dem Leitungsband so breit, daß bei Raumtemperatur Elektronen nur in verschwindend geringem Ausmaß in der Lage sind, diese Zone zu überwinden. Dadurch liegt ein vollgefülltes Valenzband und ein leeres Leitungsband vor. Damit kann es – zumindest bei idealisierten Verhältnissen – zu keiner Elektronenleitung kommen.

Auch bei Stoffen mit relativ hohen Anteilen an Ionenbindung (Gläser, Keramiken) liegen gleiche Verhältnisse vor. Dennoch läßt sich unter gewissen Voraussetzungen eine geringfügige Leitfähigkeit feststellen. Der Stromfluß ist auf die Wirkung der vorhandenen Fehlstellen in den Isolatorwerkstoffen zurückzuführen. Dadurch sind Ionen in der Lage, freie Gitterplätze zu besetzen und somit Ladungen zu transportieren. Bei zeitlich

veränderlichen Feldern hat die durch den Ladungstransport bedingte ohmsche Leitfähigkeit κ_{G1} bis zu sehr hohen Frequenzen denselben konstanten Wert wie bei Gleichfeldern. Eine Feldstärkeabhängigkeit der Leitfähigkeit ist im allgemeinen erst oberhalb 10^5 bis 10^6 V·cm⁻¹ zu beobachten.

Das bereits beschriebene Ersatzschaltbild für den realen Kondensator (Abb. 1) erweitert sich um den realen frequenzunabhängigen Leitwert G_{G1} . In Abbildung 2 ist die Parallelschaltung durch einen realen Kondensator der Admittanz $\underline{Y} = G_P + jB_P$ und einen Widerstand R_{G1} mit $R_{G1} = 1/G_{G1}$ dargestellt.

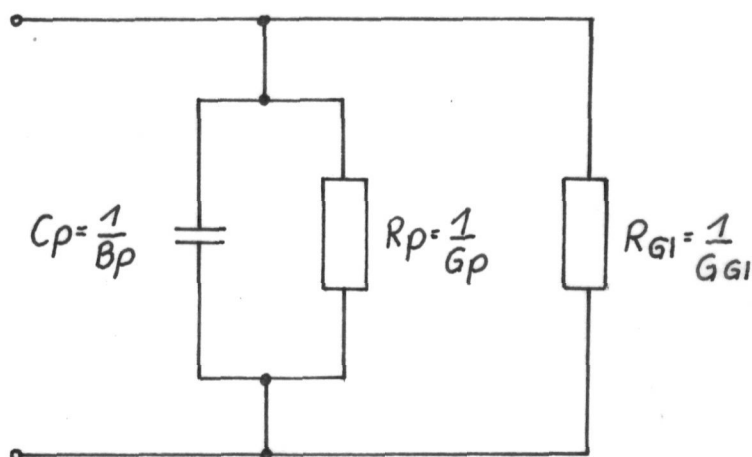


Abb. 2 Ersatzschaltbild eines mit ohmscher Leitfähigkeit behafteten Dielektrikums

Der Leitwertoperator des Ersatzschaltbildes (Abb. 2) ergibt sich durch Gleichung (3.14).

$$\underline{Y} = \kappa_{G1} A_1 / h_1 + \omega \epsilon_r'' C_0 + j \omega \epsilon_r' C_0 \quad (3.14)$$

Für den erweiterten Verlustfaktor läßt sich Gleichung (3.15) angeben.

$$\begin{aligned} \tan \delta &= \frac{G(\omega)}{\omega C_P} = \frac{G_{G1} + G_P}{\omega C_P} = \frac{(\kappa_{G1} + \omega \epsilon_r'' \epsilon_0) A_1 / h_1}{\omega \epsilon_r' \epsilon_0 A_1 / h_1} = \frac{\kappa_{G1} + \omega \epsilon_r'' \epsilon_0}{\omega \epsilon_r' \epsilon_0} \\ \tan \delta &= \frac{\kappa_{G1}}{\omega \epsilon_r' \epsilon_0} + \frac{\epsilon_r''}{\epsilon_r'} \end{aligned} \quad (3.15)$$

3.3. Polarisierung

Da Isolatoren im Idealzustand keine und im Realzustand bei Raumtemperatur nur sehr wenige freie Ladungsträger enthalten, wird ihr Verhalten im elektrischen Feld vorwiegend durch Polarisationserscheinungen bestimmt.

Eine elektromagnetische Welle tritt in einem Dielektrikum mit den atomaren Bausteinen des Stoffes in Wechselwirkung. Diese Wechselwirkungsvorgänge bestimmen in charakteristischer Weise die Abhängigkeit der komplexen Dielektrizitätszahl von der Frequenz (Dispersion) und von der Temperatur. Eine Übersicht über das Frequenzverhalten gibt Abbildung 3. Es zeigt, daß Realteil ϵ' und Imaginärteil ϵ'' der komplexen Dielektrizitätszahl nicht unabhängig voneinander sind.

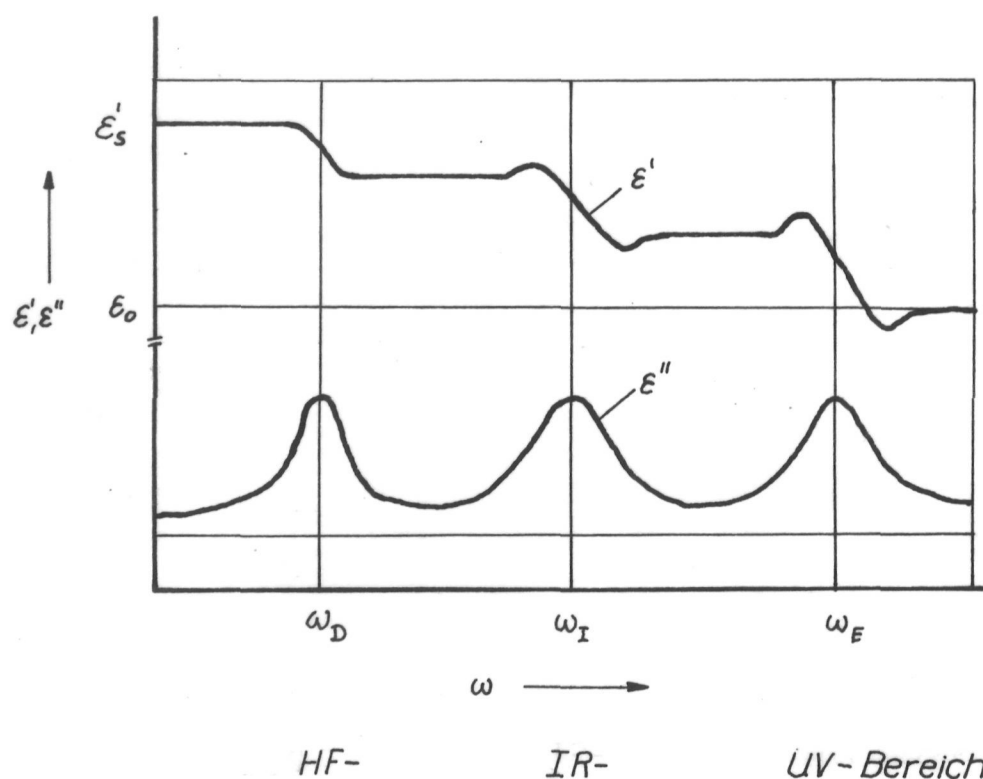


Abb. 3 Frequenzabhängigkeit von Realteil ϵ' und Imaginärteil ϵ'' der komplexen absoluten Dielektrizitätszahl

Je nachdem, ob im feldfreien Raum die Schwerpunkte der positiven und negativen Ladungen in den einzelnen Molekülen zusammenfallen oder nicht, sind die Moleküle elektrisch neutral

oder besitzen bereits ein permanentes Dipolmoment. Entsprechend unterscheidet man zwischen unpolaren und polaren Dielektrika.

Unter dem Einfluß eines äußeren elektrischen Feldes findet eine begrenzte Verschiebung von Ladungen innerhalb der Atome und Moleküle statt. Dadurch wird das Gleichgewicht der Ladungsträger gestört, und es entstehen neben evtl. bereits vorhandenen permanenten Dipolen induzierte Dipole. Diese induzierten Dipole treten als zusätzliche Polarisationsladungen in Erscheinung und bewirken eine Kapazitätserhöhung des Kondensators.

Die Gesamtpolarisation eines Dielektrikums setzt sich aus verschiedenen Polarisationsarten zusammen. Abbildung 3 zeigt die Frequenzabhängigkeit von Realteil ϵ' und Imaginärteil ϵ'' der absoluten Dielektrizitätszahl eines Dielektrikums, in dem Orientierungspolarisation (HF-Bereich) und Verschiebungspolarisation (IR- und UV-Bereich) auftreten. Man erkennt, daß für idealisierte Verhältnisse bei bestimmten Kreisfrequenzen die einzelnen Polarisationsmechanismen ausfallen. Dadurch wird die Dielektrizitätszahl ϵ' stufenweise kleiner. In den betreffenden Frequenzgebieten zeigt der Imaginärteil der komplexen Dielektrizitätszahl ϵ'' Maxima, die zu erhöhten Verlusten im Dielektrikum führen.

Die Verschiebungspolarisation tritt auf als Elektronenpolarisation und in Abhängigkeit vom strukturellen Aufbau des Dielektrikums zusätzlich als Ionenpolarisation. Die Einwirkung eines elektrischen Feldes bewirkt in allen Stoffen Elektronenpolarisierung. Sie resultiert aus der Verschiebung der Hüllenelektronen gegenüber dem Kern. Die Dielektrizitätszahl ϵ' besitzt durch die Wirkung der Elektronenpolarisation einen um 2...3fach höheren Wert als die elektrische Feldkonstante ϵ_0 . Dieses Verhalten ist bis zu sehr hohen Frequenzen konstant. Erst im UV-Bereich (ca. 10^{16} Hz) wird der Abfall der Dielektrizitätszahl auf ϵ_0 beobachtet (Abb. 3). Bei diesem Vorgang zeigt sich erneut ein Maximum an dielektrischen Verlusten.

Ionenpolarisation tritt in Verbindungen auf, die aus Ionen aufgebaut sind. Bei Einwirkung eines elektrischen Feldes kommt es zu einer Verschiebung der Ladungsschwerpunkte der positiven und negativen Ionen in entgegengesetzte Richtung. Bei Frequen-

DISS
3.0
S.6

zen um 10^{13} Hz (IR-Bereich; s. Abb. 3) vermindert sich die Dielektrizitätszahl durch den Ausfall der Ionenpolarisation. Weiterhin ist Abbildung 3 zu entnehmen, daß bei der charakteristischen Eigenfrequenz ω_I der Ionen die dielektrischen Verluste ε'' ein Maximum aufweisen. Bei höheren Frequenzen findet ausschließlich die oben beschriebene Elektronenpolarisation statt.

Das Auftreten von dielektrischen Verlusten bei der Verschiebungspolarisation ist an das Vorhandensein charakteristischer Eigenfrequenzen - ω_I bei Ionenpolarisation und ω_E bei Elektronenpolarisation - gebunden. Bis zu den jeweiligen charakteristischen Frequenzen sind die geladenen Teilchen in der Lage, der Änderung des anliegenden Wechselfeldes zu folgen. Oberhalb dieser charakteristischen Frequenzen ist der Polarisationsmechanismus blockiert./18/

Die Wirkung der Verschiebungspolarisation drückt sich im Frequenzbereich der dielektrischen Erwärmung (1...100 MHz) bei Raumtemperatur durch einen konstanten Anteil an der Dielektrizitätszahl ε' aus.

Voraussetzung für die Orientierungspolarisation ist das Vorhandensein permanenter Dipole. Derartige Stoffe sind aus Molekülen aufgebaut, die natürliche polare Gebilde darstellen und deshalb auch als Dipolmoleküle bezeichnet werden (z.B. Wasser). Beim Einbringen solcher Dipolmoleküle in ein elektrisches Wechselfeld richten sich die permanenten Dipole in Feldrichtung aus. Dieser Ausrichtung ist die molekulare Wärmebewegung und die Massenträgheit der Dipole überlagert. Im Gegensatz zur Verschiebungspolarisation ist die Orientierungspolarisation stark temperaturabhängig, weil die Ausrichtung entsprechend dem elektrischen Feld durch die thermischen Unordnungskräfte und die Viskosität stark beeinträchtigt wird. Somit folgt die Polarisation sprunghaften Feldänderungen nicht momentan, sondern erst innerhalb einer endlichen Zeit, die durch die Relaxationszeit τ_D ausgedrückt wird. Sie ist stark abhängig von der Struktur der Dipolmoleküle sowie der Temperatur und beträgt zwischen 10^{-2} und 10^{-10} s (HF-Bereich).

Bei der Eigenfrequenz $\omega_D = 1/\tau_D$ erreichen die dielektrischen Verluste ihr Maximum (Abb. 3). Unterhalb dieser für jeweils eine dipolare Molekülart typischen Relaxationszeit τ_D

schwingen die Dipole mit der Frequenz des anliegenden HF-Feldes. Nähert man sich dem Relaxationsbereich, so können die Dipole dem Feld nicht mehr trägheitslos folgen, und es kommt mit zunehmender Frequenz zur Abnahme der Dielektrizitätszahl ϵ' . Diese Abnahme ist beendet, wenn zwischen den permanenten Dipolen und dem angelegten HF-Feld keine Wechselwirkungen mehr auftreten, d.h., die Dipole werden nicht mehr umorientiert. Zur mathematischen Berechnung dieses Resonanzverhaltens ist die dynamische Langevine-Theorie /19/ sehr gut geeignet.

Ist ein Dielektrikum aus unterschiedlichen Stoffen mit permanenten Dipolen zusammengesetzt, ergibt sich für den Verlustfaktor eine Summation der Einzelverluste. Für derartige Stoffgemische ist es jedoch schwierig, alle Relaxationszeiten und die zugehörigen Änderungen von ϵ' und ϵ'' der jeweiligen dipolaren Molekülart festzustellen. Oft ergibt sich aus der Messung des Verlustfaktors $\tan \delta$ der Anschein, daß dieser bzw. ϵ'' in einem weiten Frequenzbereich unabhängig von der Frequenz sind.

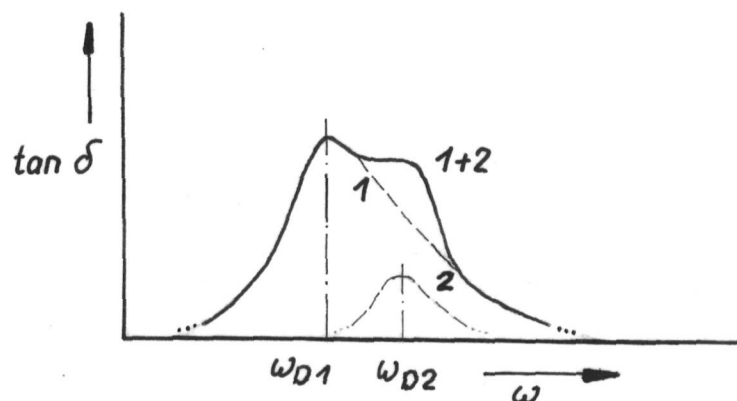


Abb. 4 Verlustfaktor eines Dielektrikums mit zwei verschiedenen Dipolgruppen in Abhängigkeit von der Kreisfrequenz

In Abbildung 4 ist die Frequenzabhängigkeit des Verlustfaktors eines Dielektrikums gezeigt, das aus zwei dipolaren Stoffen besteht.

3.4. Verhalten der Dielektrika bei Erwärmung

Bei Dielektrika mit vorherrschend Elektronenpolarisation vermindert sich die Dielektrizitätszahl mit steigender Temperatur nur geringfügig. Infolge der Wärmebehandlung des Dielektrikums nimmt einerseits die Anzahl der induzierten Dipole je Volumeneinheit ab. Andererseits treten außer der Elektronenpolarisation weitere Polarisationsarten mit positivem $TK_{\epsilon'}$ auf, so daß sich die Wirkungen nahezu kompensieren. Dielektrika, bei denen deutlich nachweisbar Ionenpolarisation auftritt, werden meist durch einen positiven Temperaturkoeffizienten $TK_{\epsilon'}$ charakterisiert. Das ist darauf zurückzuführen, daß die Polarisierbarkeit der Ionen mit steigender Temperatur zunimmt. Eine Ausnahme davon bilden lediglich einige keramische Kondensatorwerkstoffe auf der Basis von TiO_2 im Bereich weit unterhalb und oberhalb der Curietemperatur. Beim Auftreten der Orientierungspolarisation kann ein und dasselbe Dielektrikum sowohl positive als auch negative $TK_{\epsilon'}$ -Werte besitzen, d.h. der $TK_{\epsilon'}$ -Wert ändert während der Erwärmung sein Vorzeichen. Das ist im Ablaufen zweier entgegengesetzt wirkender Vorgänge bedingt. Einerseits sind mit steigender Temperatur die Dipolmoleküle leichter beweglich, so daß die Orientierungspolarisation leichter erfolgen kann; die Dielektrizitätszahl nimmt zu. Zum anderen gewinnt die ungeordnete Wärmebewegung der Moleküle, die das Polarisationsbestreben der Dipole behindert, an Intensität und bewirkt somit eine Abnahme der Dielektrizitätszahl. Bei der Betrachtung der Temperaturabhängigkeit der Dielektrizitätszahl und des Verlustfaktors in Resonanzgebieten ist festzustellen, daß sich diese Gebiete bei zunehmender Temperatur nach höheren Frequenzen verschieben. Ursache dafür ist die zunehmende Beweglichkeit der Dipole mit der Temperatur, wodurch zur Einstellung der Gleichgewichtslagen mit dem elektrischen Feld kürzere Zeiten als bei niedrigeren Temperaturen benötigt werden.

Messungen des Verlustfaktors $\tan \delta$ an Keramiken /21/, Polymeren /22, S.537f./ und Gläsern /24, 25, 26/ im HF-Gebiet zeigen übereinstimmend das Anwachsen des Verlustfaktors mit steigender Temperatur. Für den rein dielektrischen Anteil ϵ''/ϵ' des Verlustfaktors bei Alkali-Silikat-Gläsern gibt /23/ ein Maxi-

mum im Temperaturbereich von 600...800 °C je nach chemischer Zusammensetzung an. Für die bei Raumtemperatur geringe ohmsche Leitfähigkeit κ_{G1} erfolgt bei Temperaturerhöhung eine Zunahme dieser Leitfähigkeit entsprechend Gleichung (3.16). Dabei ist A ein Ausdruck der Aktivierungsenergie des Ladungstransportes

$$\kappa_{G1} = \kappa_0 e^{-A/(KT)} \quad (3.16)$$

κ_0 , A, K - Konstanten
T - Temperatur in (K)

und K die Boltzmannkonstante. Durch die exponentielle Zunahme der ohmschen Leitfähigkeit übersteigt der Anteil des Verlustfaktors $\kappa_{G1}/\epsilon'_r \epsilon_0$ in (3.15) bei hohen Temperaturen den dielektrischen Anteil ϵ''_r/ϵ'_r .

Ein ähnliches Temperaturverhalten wie der Verlustfaktor $\tan \delta$ weist auch die frequenzabhängige elektrische Leitfähigkeit κ_f (3.23) auf. Zum Beispiel kommt es im Temperaturbereich unterhalb 600 °C für Borosilikatglas /43, 44/ und unterhalb 900 °C für Al_2O_3 -Keramik /45, 46/ zur Aufspaltung der in Abbildung 5 dargestellten Leitfähigkeitsgraphen. In den angegebenen unteren Temperaturbereichen zeigt sich dabei mit abnehmender Temperatur ein sich verstärkender Anteil der Wechselstromleitfähigkeit $\kappa(f)$.

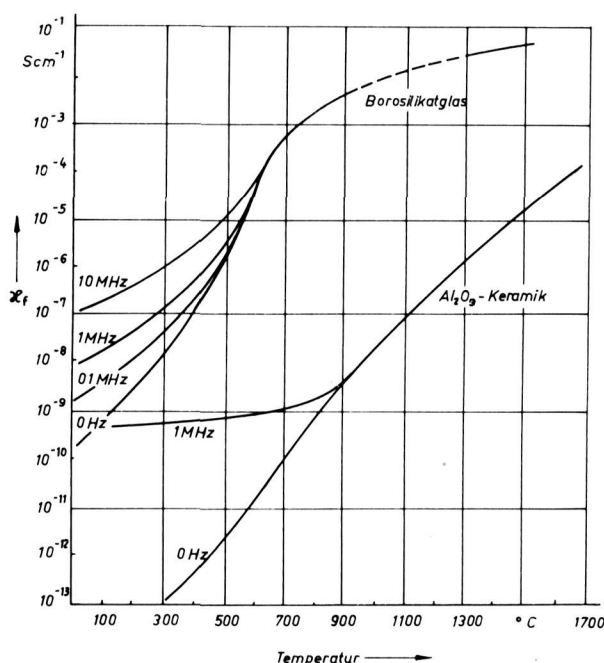


Abb. 5
Temperaturabhängigkeit
der elektrischen Leit-
fähigkeit κ_f von Boro-
silikatglas und
 Al_2O_3 -Keramik

3.5. Leistungsumsatz und physikalische Einflußgrößen

Allgemein gilt für den elektrischen Leistungsumsatz (3.17).

$$P = U^2/R_P = U^2 G_P \quad (3.17)$$

Unter den Bedingungen der dielektrischen Erwärmung kann U als Effektivwert einer sinusförmigen Wechselgröße im Megahertzbereich angenommen werden.

Mit G_P aus (3.10) ergibt sich die im Dielektrikum umgesetzte Leistung durch Gleichung (3.18).

$$P = U^2 \omega \epsilon_r'' C_0 = 2U^2 \pi f \epsilon_0 \epsilon_r'' A_1 / h_1 \quad (3.18)$$

Zusätzlich zu den frequenzabhängigen Verschiebungsströmen müssen auch frequenzunabhängige Leitungsströme durch das Dielektrikum (Volumenwiderstand $R_{G1} = 1/G_{G1}$) berücksichtigt werden. Der Anteil des Leitungsstromes kann bei hohen Temperaturen, wie schon gezeigt wurde, beachtliche Werte annehmen. Daraus resultiert ein nicht zu vernachlässigender Anteil am Gesamtleistungsumsatz. Gleichung (3.19) stellt somit die notwendige Untersetzung von (3.18) dar.

$$P = U^2 [G_{G1}(\vartheta) + G_P(\vartheta, f)] \quad (3.19)$$

Mit G_P entsprechend (3.10) folgt aus (3.19) Gleichung (3.20).

$$P = U^2 (1/R_{G1} + \omega C_0 \epsilon_r'') \quad (3.20)$$

Der erste Term steht für den frequenzunabhängigen, der zweite Term für den frequenzabhängigen Erwärmungsanteil.

Durch Messung des Verlustfaktors $\tan \delta$ in Abhängigkeit von der Frequenz und der Temperatur werden sowohl die dielektrischen, d.h. frequenzabhängigen als auch die ohmschen Anteile am Verlustfaktor erfaßt. Damit ergibt sich Gleichung (3.21).

$$P = 2U^2 \pi f \epsilon_0 \epsilon_r' \tan \delta A_1 / h_1 \quad (3.21)$$

Die im Dielektrikum umgesetzte spezifische Gesamtleistung er-

mittelt sich, ausgehend von (3.21), entsprechend Gleichung (3.22).

$$p = P/V_1 = 2U^2 \pi f \epsilon_0 \epsilon'_r \tan \delta / h_1^2 \quad (3.22)$$

Häufig führt die bloße Kenntnis von Gleichung (3.21) und (3.22) zu dem Schluß, daß die Frequenz des angelegten Wechselfeldes deswegen hoch gewählt werden muß, weil die Erwärmungsleistung proportional mit der Frequenz steigt. Das trifft keineswegs immer zu, da Dielektrizitätszahl ϵ'_r und Verlustfaktor $\tan \delta$, wie bereits ausgeführt, jede für sich ebenfalls von Frequenz und Temperatur abhängen. Dieses Verhalten soll an Hand von Abbildung 6 gezeigt werden, die den Verlauf der dielektrischen Kennwerte von Wasser und der Kreisfrequenz im Vergleich zur Leitfähigkeit κ_f bei 25 °C abbildet. Die Meßwerte sind /27/ entnommen.

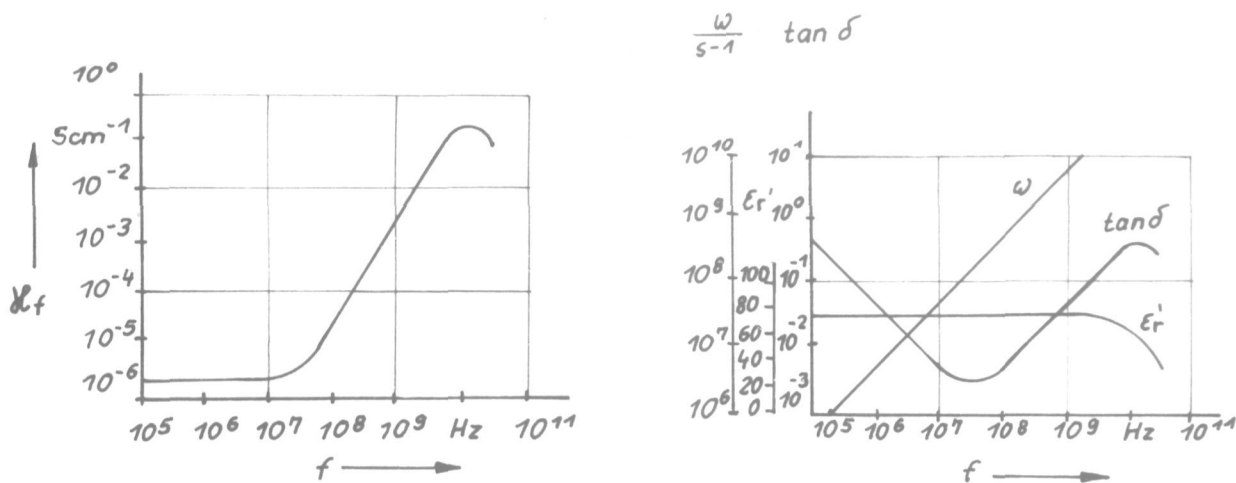


Abb. 6 Frequenzabhängigkeit elektrischer Eigenschaften von Wasser

Die Darstellung der elektrischen Leitfähigkeit κ_f über der Frequenz in Abbildung 6 ist dabei sehr viel anschaulicher als die aufgetragenen Kurven für ϵ'_r , $\tan \delta$ und Kreisfrequenz ω . Der Verlauf von κ_f läßt sofort erkennen, wie sich die vom Dielektrikum aufgenommene Leistung ändert, da er, wie Gleichung (3.23) zeigt, außer der Feldstärke E alle Einflußgrößen erfaßt, die den dielektrischen Leistungsumsatz bestimmen.

Mit (3.23) und $U = Eh_1$ berechnet sich die spezifische Gesamtleistung im Dielektrikum nach (3.24).

$$\alpha_f = 2\pi f \epsilon_0 \epsilon'_r \tan \delta = \alpha_{G1} + 2\pi f \epsilon_0 \epsilon''_r = \alpha_{G1} + \alpha(f) \quad (3.23)$$

$$p = E^2 \alpha_f \quad (3.24)$$

Die Festlegung der Arbeitsspannung bzw. der Arbeitsfeldstärke ist ein vielgestaltiges Problem, das beim dielektrischen Leistungsumsatz berücksichtigt werden muß. Da die Arbeitsspannung bzw. Feldstärke quadratisch in den Leistungsumsatz eingeht (3.17) bis (3.24), die untersuchten Gemenge aber in der Regel niedrige Leitfähigkeitswerte aufweisen (s. Kapitel 4.5), besteht die Notwendigkeit, mit einer möglichst hohen Feldstärke zu arbeiten.

Für die Mehrzahl der Dielektrika gilt in einem weiten Feldstärkebereich (bis ca. $10 \text{ kV} \cdot \text{mm}^{-1}$), daß Stromdichte und Feldstärke einander proportional sind. Von einer gewissen Feldstärke an verliert das Dielektrikum schlagartig sein Isoliervermögen. Der Strom nimmt dann bei konstanter Feldstärke so stark zu, daß er sich unter Funken- und Lichtbogenbildung Kanäle durch das Material bahnt und es in dieser Weise zerstört. Der Durchschlag verhindert damit grundsätzlich das Erreichen beliebig hoher Feldstärken. Die kritische Feldstärke E_d , bei der im homogenen Feld mit einem Durchschlag zu rechnen ist, nennt man Durchschlagsfestigkeit.

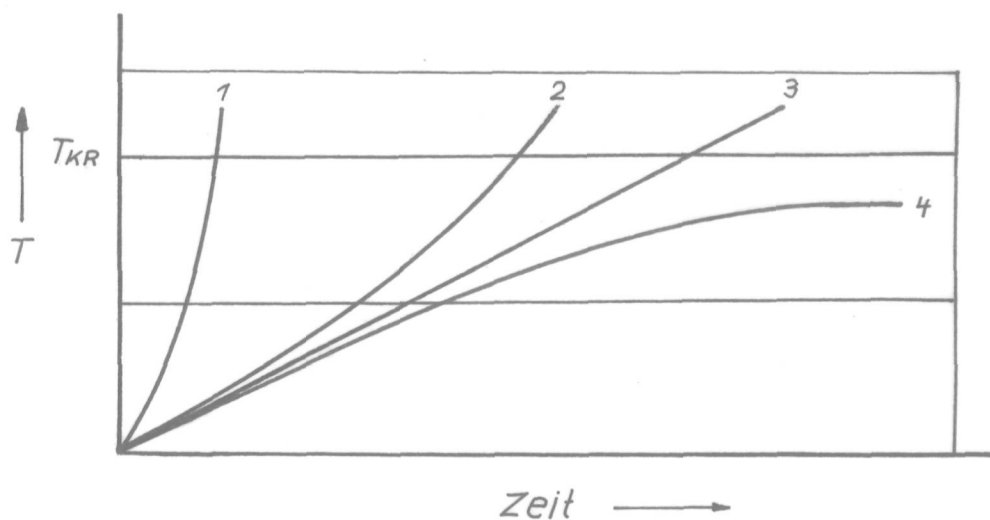
Im Vergleich zu tabellarisch erfaßten Gleich- und Wechselspannungsfestigkeiten im Bereich von 0...50 Hz nimmt die HF-Spannungsfestigkeit mit zunehmender Frequenz ab. Zur Ermittlung der HF-Spannungsfestigkeit sind spezielle Untersuchungen notwendig, da sie in sehr komplexer Weise von den Versuchsbedingungen abhängig ist. So sind Elektrodenwerkstoff und -geometrie, Kontakt zwischen Probe und Elektroden, der Feuchtigkeitsgehalt, die Porosität und die Dicke der Probe sowie die chemische Zusammensetzung, Zeitdauer der Spannungsbelastung, Temperatur u.a. von beachtlichem Einfluß.

Für die untersuchten Glasgemenge liegt der experimentell ermittelte Wert der HF-Durchschlagsfestigkeit bei ca. $1 \text{ kV} \cdot \text{mm}^{-1}$ für 27 MHz. Dieser Wert gilt für den Felddurchschlag bei Raum-

temperatur. Mit zunehmender Temperatur verringern sich die Werte von Spannungs- und Durchschlagsfestigkeit. Dabei wird der Felddurchschlag vom Wärmedurchschlag überdeckt. Ursache dafür ist die Erwärmung des Dielektrikums selbst.

Die beiden verschiedenen Durchschlagsmechanismen machen sich auch im äußeren Bild bemerkbar. Der Felddurchschlag geht sehr rasch vor sich, wobei sich oft ein verzweigtes System von Durchschlagskanälen ausbildet. Der Vorgang des Wärmedurchschlages ist dagegen sehr viel träger. Es entsteht dabei im wesentlichen nur ein relativ großer Kanal /22, S.556f./.

Für den Wärmedurchschlag spielt die Belastungsdauer eine wesentliche Rolle. Wie in Abbildung 7 dargestellt, unterscheidet man drei Arten des Wärmedurchschlages, die dadurch gekennzeichnet sind, nach welcher Zeitdauer die Temperaturgrenze T_{KR} überschritten wird. /28/



- | | |
|--------------------------|--------------------------|
| 1 - Impuls-Durchschlag | 3 - Langzeit-Durchschlag |
| 2 - Kurzzeit-Durchschlag | 4 - kein Durchschlag |

Abb. 7 Arten des Wärmedurchschlages

Die Kenntnis wichtiger Stoffeigenschaften der zu erwärmenden Gemenge, insbesondere ihre elektrische Leitfähigkeit, erlaubt, Rückschlüsse bzgl. der dielektrischen Erwärmbarkeit zu ziehen. Im Kapitel 4 werden sowohl die eingesetzten Meßverfahren beschrieben als auch die Frequenz- und Temperaturabhängigkeit der elektrischen Leitfähigkeit der zu untersuchenden Gemenge angegeben.

4. Eigenschaften der untersuchten Gemenge

4.1. Zusammensetzung

Die Wahl der untersuchten Gemengezusammensetzungen basiert auf /2/. Dabei wurde Wert darauf gelegt, daß die Stoffgruppen der Silikate, der Borate und der Phosphate - also die gebräuchlichsten Glasbildner - vertreten sind. Die ausgewählten Gemenge bilden nach erfolgter Hochtemperaturbehandlung Gläser oder Zwischenprodukte, die nach weiteren technologischen Folgeschritten zu volkswirtschaftlich einsatzfähigen Produkten führen sollen.

Die molaren und prozentualen Zusammensetzungen sowie die in den Gemengen verwendeten Rohstoffe sind folgenden Quellen zu entnehmen:

- BVK-, SMO- und TCP-Gemenge /29, S.16/
- BQ-Gemenge /30/
- PQ-Gemenge /31/.

4.2. Herstellung von Gemengetabletten

Alle untersuchten Gemenge lagen als pulverförmige Substanzen mit einem Körnungsband im Bereich zwischen 15 - 400 μm vor. Zur Herstellung von Probekörpern für die Bestimmung elektrischer Eigenschaften wurden daraus zylindrische Gemengetabletten mit einem Durchmesser von 40 mm trocken gepreßt. Zusätzliche Bindemittel kamen nicht zum Einsatz. Der Feuchtegehalt der Gemengepulver lag entsprechend den TG-Untersuchungen im Bereich von 1...3 %. Ein Preßdruck von 50 MPa erwies sich als ausreichend hoch, um stabile und handhabbare Probekörper zu erhalten. Die Höhe der Gemengetabletten wurde entsprechend den Versuchsbedingungen (1,5...8,0 mm) variiert und durch unterschiedliche Gemengeeinwaagen beim Pressen realisiert.

4.3. Vorbehandlung

Unbehandelte BVK-, SMO-, TCP- und BQ-Gemenge besitzen einen hohen Anteil gasabspaltender Gemengerohstoffe, insbesondere Karbonate, Nitrate und Wasser. Damit ist zu erwarten, daß bei Wärmeeinwirkung auf unbehandelte verpreßte Gemenge die Tablettenform zerstört wird. So zeigen sich bei Erwärmung auf Temperaturen von ca. 1200 °C sowohl Risse als auch regelloses Auseinanderplatzen. Da mit einem ähnlichen Verhalten auch während der dielektrischen Erwärmung gerechnet werden muß, erfolgte eine Vorbehandlung zum vorherigen Austreiben der gasförmigen Zersetzungsprodukte.

Von den unbehandelten Gemengen BVK, SMO, TCP und BQ wurden dazu Differentialthermoanalysen (DTA) und der Verlauf der Masseänderung (TG) aufgezeichnet (Anlage 8). Als Kriterium für die Vorbehandlung diente die Beendigung der Masseverluste. Bis zu den in Tabelle 1 angegebenen Vorbehandlungstemperaturen treten nur Peaks auf, die auf die Gasabspaltung zurückzuführen sind.

Tab. 1 Vorbehandlungsregime

Gemenge	Ende des Masseverlustes	gewählte Vorbehandlung
BVK	950 °C	1 h / 1000 °C
SMO	900 °C	2 h / 950 °C
BQ	700 °C	2 h / 700 °C
TCP	850 °C	0,5 h / 1000 °C (entspr. Vorschrift WfTG)

Der verwendete PQ-Gemengesatz bildet in seinem Ausgangszustand einen Gemengebrei, der nicht verpreßbar ist. Durch einen Vorbehandlungsprozeß bei Temperaturen oberhalb 500 °C entsteht ein festes, verpreßbares Material./32/ Als günstig in Bezug auf die elektrischen Eigenschaften haben sich dabei Vorbehandlungstemperaturen von 600 bzw. 700 °C bei einer Verweilzeit von 0,5 h erwiesen. Im Ergebnis dieser Behandlung stehen zwei vorbehandelte PQ-Gemenge zur Verfügung.

Die bei ca. 900 °C aus den PQ-Gemengen einsetzende P₂O₅-Verdampfung führt nicht zur Zerstörung der Gemengetabletten.

4.4. Bestimmung elektrischer Eigenschaften

4.4.1. Meßtechnik im Frequenzbereich $10^3 - 10^6$ Hz

Im Frequenzbereich von 1 kHz...1 MHz war es möglich, bei jeder Frequenzdekade Messungen der Dielektrizitätszahl und des Verlustfaktors auszuführen. Dazu konnte ein bereits bestehender Meßplatz an der Martin-Luther-Universität Halle genutzt werden. Dieser Meßplatz ermöglichte die kontinuierliche Bestimmung dieser Größen bis zu Temperaturen von 450 °C. Die durchschnittliche und annähernd konstante Aufheizgeschwindigkeit betrug $3,5 \text{ K} \cdot \text{min}^{-1}$. Zur Aufnahme und Auswertung stand eine automatische Kapazitätsmeßbrücke vom Typ Hewlett Packard HP4270A zur Verfügung. In Abbildung 8 ist die Blockschaltung des automatischen Meßplatzes dargestellt, der in /33/ näher beschrieben ist.

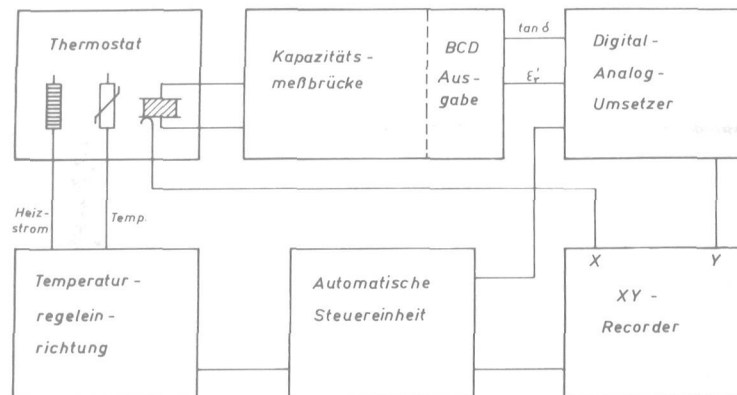


Abb. 8 Automatischer Meßplatz zur Bestimmung von Dielektrizitätszahl und Verlustfaktor

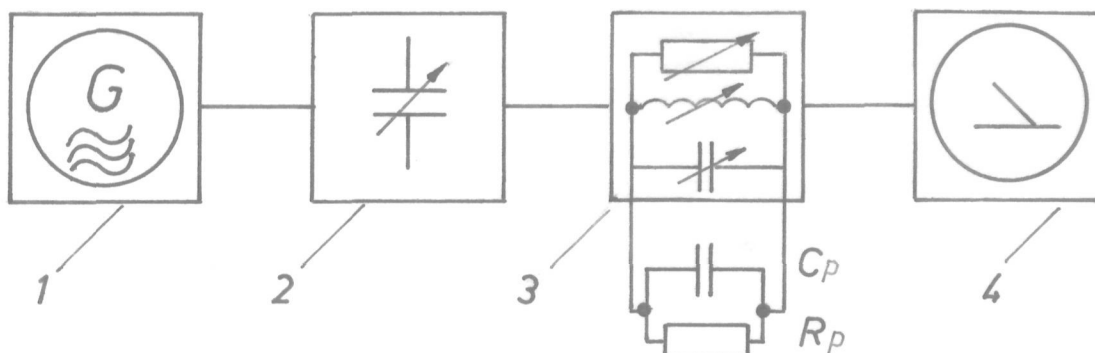
Die Probenaufnahme im Thermostat gestattete nur die Verwendung kontaktierter Proben. Als Kontaktschicht wurde Leitsilbersuspension auf die verpreßten Gemengeprobekörper aufgetragen. Das Einbrennen des Leitlackes erfolgte bei 120 °C. Der Einfluß des Eindringens des Lackes in die Probe blieb bei der Ermittlung der relativen Dielektrizitätszahl unberücksichtigt. Für die Messungen (Frequenz- und Temperaturabhängigkeit) wurde jeweils die gleiche Probenaufnahme genutzt. Durch Anordnung eines Miniaturthermoelementes in unmittelbarer Probennähe ist der Meßfehler bei der Ermittlung der Stoffwerte in Abhängigkeit

von der Temperatur annähernd gleich dem der Frequenzabhängigkeit bei Raumtemperatur. Zur Beurteilung des Meßergebnisses sollten für die Dielektrizitätszahl ein relativer Fehler von 5 % und für den Verlustfaktor ein relativer Fehler von 10 % berücksichtigt werden.

4.4.2. Meßtechnik im Frequenzbereich 10 - 100 MHz

Zur Messung von Dielektrizitätszahl und Verlustfaktor wurde im Frequenzbereich 10...100 MHz ein Verlustfaktormeßgerät vom Typ 1034 (VEB Funkwerk Erfurt) eingesetzt. Es vereinigt in sich einen durchstimbaren Meßsender, den Meßkreis und ein Röhrenvoltmeter. Als Meßbereich stehen für die Blindkomponente

kapazitiv:	1...100 pF
induktiv:	2,5 μ H und
für die Wirkkomponente	1k Ω ...10 M Ω zur Verfügung.



1 - Meßsender	3 - Meßkreis	C_p, R_p - Meßobjekt
2 - HF-Koppelglied	4 - Röhrenvoltmeter	

Abb. 9 Blockschaltbild des Verlustfaktormeßgerätes

Das Gerät arbeitet nach dem Meßprinzip des Substitutionsverfahrens (Abb. 9). Am Meßsender 1 kann die jeweils benötigte Frequenz eingestellt werden. Über das variable HF-Koppelglied 2 erfolgt die Zuführung der HF-Spannung auf den Meßkreis 3. Der Resonanzkreis, bestehend aus Meßkreis und Meßobjekt, wird meßbar bedämpft. Nach Abklemmen der Probe werden deren Blind-

und Wirkkomponente durch den Meßkreis ablesbar nachgebildet. Zur Aufnahme der Probe dient eine nach /34/ vorzugsweise zu verwendende Elektrodenanordnung mit Meßschraube. Damit wird ebenfalls den Anforderungen nach /35/ entsprochen, auf deren Grundlage die Berechnung der relativen Dielektrizitätszahl (4.01) und des Verlustfaktors (4.02) basieren.

$$\epsilon'_r = C_{Pk} / C_o \quad (4.01)$$

$$\tan \delta = 1 / (2\pi f C_{Pk} R_{Pk}) \quad (4.02)$$

Dabei stellen die Probenkapazität C_{Pk} und der Parallelwiderstand R_{Pk} der Probe die entsprechend dem Meßgerätefehler /36/ korrigierten arithmetischen Mittelwerte aus jeweils drei Messungen dar (Anlagen 1...5).

Für die verwendeten Meßbereiche sind folgende Fehler angegeben:

- Frequenz: $\Delta f < \pm 0,5 \%$
- Probenkapazität: $\Delta C_p < \pm 1,0 \% + 1 \text{ pF}$
- Wirkwiderstand im Bereich 10...70 MHz: $\Delta R_p < \pm 10 \%$ und
im Bereich 70...100 MHz: $\Delta R_p < \pm 20 \%$.

Zusätzlich tritt ein Fehler bei der Messung des Verlustfaktors $\tan \delta$ von $\pm 2 \cdot 10^{-4}$ auf.

Unter Annahme einer fehlerfreien Leerkapazität C_o berechnet sich nach (4.03) der absolute Fehler der Dielektrizitätszahl und nach (4.04) der absolute Fehler des Verlustfaktors.

$$|\Delta \epsilon'_r| = \sqrt{\Delta C_p^2 / C_o^2} = \Delta C_p / C_o \quad (4.03)$$

$$|\Delta \tan \delta| = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{\Delta f^2}{(R_{Pk} C_{Pk} f^2)^2} + \frac{\Delta R_p^2}{(C_{Pk} f R_{Pk})^2} + \frac{\Delta C_p^2}{(f R_{Pk} C_{Pk})^2}} \quad (4.04)$$

4.4.3. Ermittlung der Temperaturabhängigkeit bei 27 MHz

Die Messung elektrischer Eigenschaften in Abhängigkeit von der Temperatur erfolgte bei 27 MHz an einem speziell dafür geschaffenen Meßplatz (Abb. 12). Unter Berücksichtigung der Anschlußbedingungen am Verlustfaktormeßgerät Typ 1034 erfolgten dazu der Aufbau und die Inbetriebnahme einer Kapazitätsmeßzelle. Abbildung 10 zeigt ihre Schnittdarstellung. Die Meßzelle gliedert sich in die Hauptbaugruppen:

- Probenaufnahme (1...8)
- Heizung (9, 11, 12)
- Isolation (10, 13, 14, 21, 22, 23, 25) und
- Gestell (16, 24).

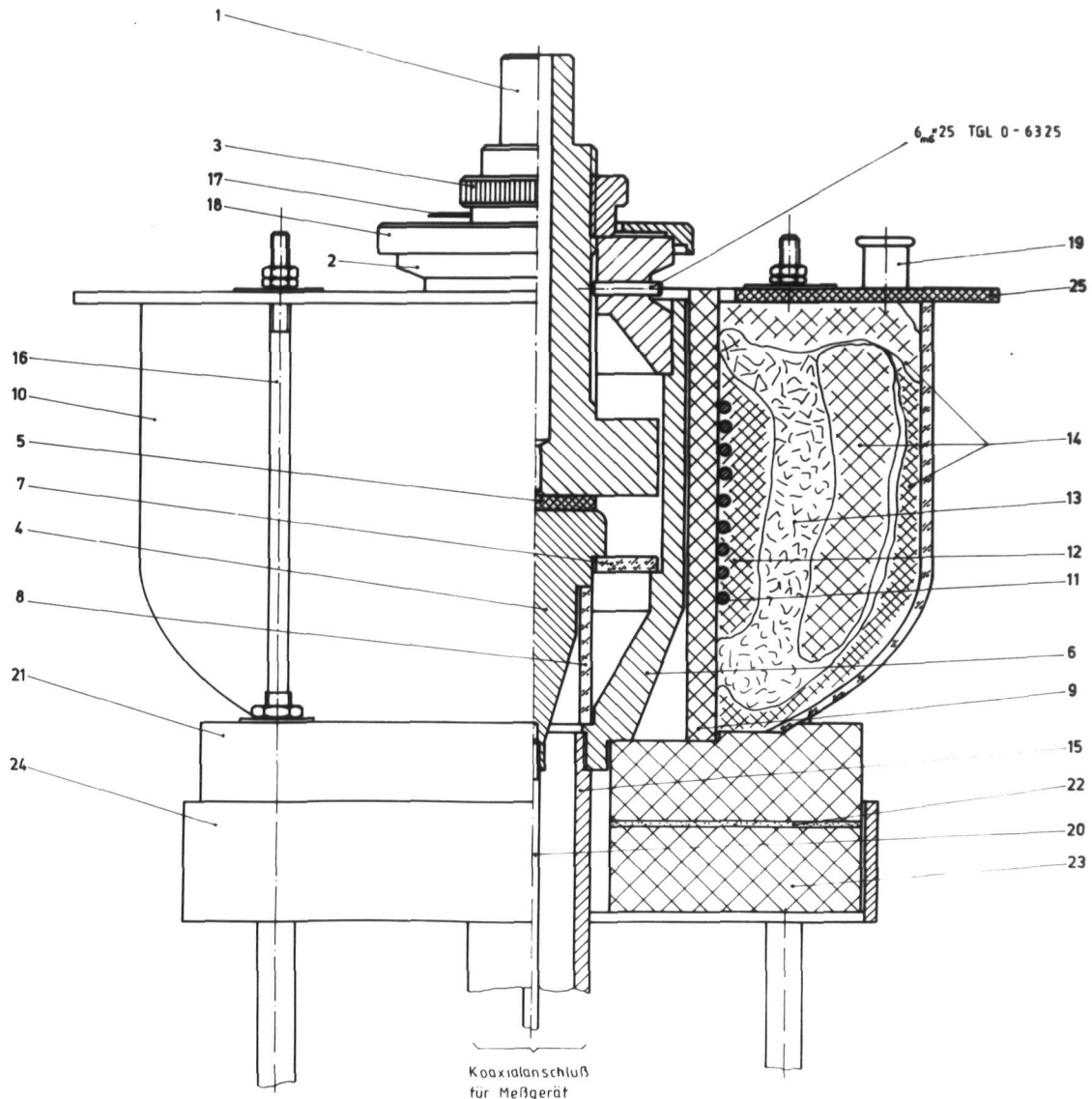


Abb. 10 Schnittdarstellung der Kapazitätsmeßzelle

Zwischen dem Elektrodenpaar 1 und 4 wird die Probe 5 eingelegt. Die Eigenmasse der Oberelektrode übt auf den Probenkörper einen Druck von 0,167 MPa aus. Die Unterelektrode 4 führt Hochfrequenzpotential, während die Oberelektrode 1 und der metallische Mantel der Probenaufnahme mit der Meßgerätemasse verbunden sind. Eine Bohrung in der Oberelektrode bis in die unmittelbare Probennähe dient zur Aufnahme eines Thermoelementes. Durch die Höheneinstellung 3 kann die Probenhöhe auf dem Teilring 18 simuliert werden. Diese Einstellung des Elektrodenabstandes ohne Probe gestattet die Messung der Eigenkapazität. Sie setzt sich zusammen aus der Leerkapazität C_0 des Luftkondensators zwischen dem Elektrodenpaar zuzüglich der internen Kapazität der Probenaufnahme.

Der Einsatz von Kieselglashalterungen 7, 8 erlaubte einen kapazitäts- und verlustarmen Aufbau. Die Änderung der Eigenkapazität ist im Temperaturbereich bis 450 °C so gering, daß sie meßtechnisch nicht erfaßt werden konnte. Die interne Kapazität der Probenaufnahme beträgt ca. 20 pF und muß zu Beginn oder nach Beendigung des Meßvorganges bestimmt werden. Als nutzbarer Meßbereich steht für die Probenkapazität 1...80 pF zur Verfügung.

Bei der Messung des Verlustfaktors ist die Zunahme des Eigenverlustes der Meßzelle mit steigender Frequenz zu berücksichtigen. Für Proben, deren Verlustfaktoren im Bereich von 10^{-3} liegen, sind 60 MHz als maximale Meßfrequenz anzusehen.

Die Heizung ist für Spannungen bis 220 V ausgelegt. Eine Fehlbetriebung führt somit nicht zur Zerstörung der Heizwicklung. Die installierte Leistung beträgt maximal 4 kW. Unter Nutzung eines Stelltrafos ist es möglich, die gewünschte Aufheizgeschwindigkeit zu erzielen. Da durch Heizung und Thermoelement eine unzulässige Beeinflussung des Meßergebnisses erfolgt, müssen diese vor Beginn der Messung abgeklemmt bzw. entfernt werden. Durch Vorversuche wurde dazu ein geeignetes Heizregime ermittelt, damit die Einhaltung der gewünschten Meßtemperatur (ohne Thermoelement) realisiert werden kann. In dieser Phase des Meßvorganges treten Aufheizgeschwindigkeiten von 0,85 (100 °C)...1,4 (450 °C) K·min⁻¹ auf. Dazu wird bei festgelegten Temperaturen die Heizung abgeschaltet. Die maxi-

male Aufheizgeschwindigkeit in der Heizperiode wurde mit $4,5 \text{ K} \cdot \text{min}^{-1}$ festgelegt, wobei sich für die komplette Messung der Temperaturabhängigkeit eine durchschnittliche Aufheizgeschwindigkeit von $2 \text{ K} \cdot \text{min}^{-1}$ ergibt.

4.4.4. Meßtechnik für Frequenzen 1 GHz und 2,5 GHz

Die Ermittlung der elektrischen Eigenschaften der Gemenge erfolgte unter Verwendung einer kurzgeschlossenen, coaxialen Meßleitung vom Typ DML 113 A (VEB RAFENA-Werk, Radeberg) mit abgestimmter Sonde. Die Meßfrequenzen von 1 GHz und 2,5 GHz wurden mit einem UHF-Power-Generator TR 0611 (EMG Budapest) erzeugt. Das Meßverfahren zur Bestimmung der Dielektrizitätszahl und des Verlustfaktors basiert auf der Verschiebung der stehenden Welle im Meßobjekt und auf der Auswertung der daraus resultierenden Knotenbreiten /27, S.63f./. In Abbildung 11 sind

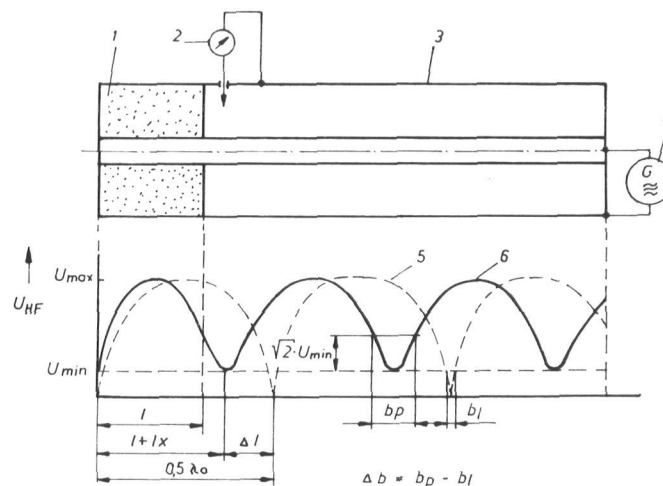


Abb. 11 Stehende Welle in der Meßleitung, Verhältnisse mit und ohne Probe

die Verhältnisse in der Meßleitung schematisch dargestellt. Dabei ist l die Probenlänge und l_x der Abstand von der Probe bis zum ersten Minimum. Aus der Differenz Δl der Wellenminima der stehenden Welle mit und ohne Probe läßt sich die relative Dielektrizitätszahl bestimmen. Aus der gemessenen Knotenbreite b_p kann über den Anpassungsfaktor m der Verlustfaktor berechnet werden. Da die Verlustfaktoren der Gemenge im Bereich um 10^{-3} liegen, mußte die Eigendämpfung der Meßleitung Be-

rücksichtigung finden. Damit ergibt sich ein korrigierter Anpassungsfaktor m' (Gl. 4.05).

$$m' = m - m_{\text{eigen}} = \pi ab / \lambda \quad (4.05)$$

Die Berechnung von relativer Dielektrizitätszahl und Verlustfaktor erfolgte auf einem Tischrechner Hewlett Packard HP 9825A unter Nutzung eines bereits vorhandenen Programmes /26/. Zur Überprüfung der Ergebnisse und zur Abschätzung der Genauigkeit der berechneten Dielektrizitätszahlen und Verlustfaktoren wurden bei jeweils gleichem Gemenge die Probenlängen variiert. Als relativer Fehler sind für die relative Dielektrizitätszahl 5 % und für den Verlustfaktor 30 % anzunehmen.

4.4.5. Messungen bei Gleichstrom

Die Messung des ohmschen Probenwiderstandes erfolgte mit einem Röhrenvoltmeter URV 2 in der unter Kap. 4.4.3. beschriebenen Meßzelle in Verbindung mit der Bestimmung der Temperaturabhängigkeit elektrischen Eigenschaften bei 27 MHz. Abbildung 12 zeigt den kompletten Meßplatz.

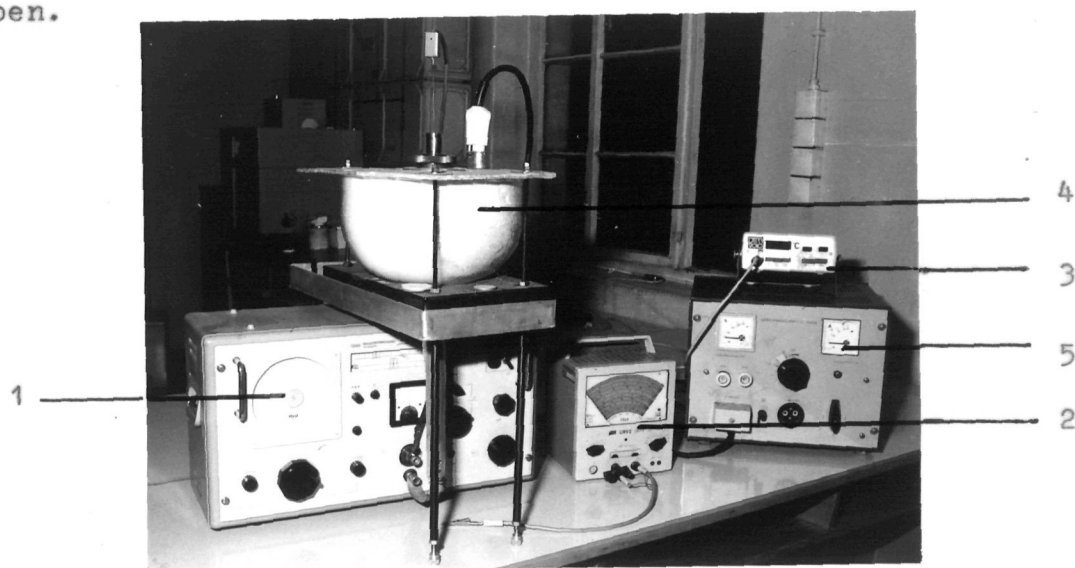
Aus dem Probenwiderstand R_{G1} läßt sich durch Gleichung (4.06) die ohmsche Leitfähigkeit berechnen.

$$\kappa_{G1} = h_1 / R_{G1} A_1 = 4h_1 / (R_{G1} d^2 \pi) \quad (4.06)$$

Für Probenwiderstände größer 300 M Ω ergeben sich ohmsche Leitfähigkeiten im Bereich 10^{-12} S \cdot cm $^{-1}$. Diese stellen nur einen Bruchteil der entsprechenden elektrischen Leitfähigkeit κ_f im Frequenzbereich der dielektrischen Erwärmung dar. Eine Widerstandsmessung über diesen Bereich hinaus wurde deshalb nicht durchgeführt.

Die Messung der Temperaturabhängigkeit des Probenwiderstandes R_{G1} erfolgte jeweils in der Aufheizphase. Gemengetabletten deren Widerstand bei Raumtemperatur > 300 M Ω war, zeigten bei Erwärmung Widerstandsabnahmen, die es z.T. gestatteten für

entsprechend hohe Temperaturen die ohmsche Leitfähigkeit anzugeben.



- | | |
|---------------------------------|----------------|
| 1 - Verlustfaktormeßgerät 1034 | 4 - Meßzelle |
| 2 - Röhrenvoltmeter URV 2 | 5 - Stelltrafo |
| 3 - Temperaturmeßgerät DTM 2010 | |

Abb. 12 Meßplatz zur Bestimmung der Temperaturabhängigkeit elektrischer Eigenschaften mittels Gleichstrom und bei 27 MHz

4.5. Meßergebnisse

4.5.1. Frequenzabhängigkeit der elektrischen Leitfähigkeit

Die ermittelten elektrischen Größen Dielektrizitätszahl und Verlustfaktor (Meßwertprotokolle s. Anlagen 1...5) charakterisieren die elektrischen Eigenschaften der Gemenge im Frequenzbereich $10^3 \dots 10^9$ Hz und dienen zur Berechnung der elektrischen Leitfähigkeit κ_f nach Gleichung (3.27).

Die Abbildung 13 gibt einen Überblick über die sich ergebenden elektrischen Leitfähigkeiten von unbehandelten und vorbehandelten Biovitrokeramikgemengen. Neben der Frequenzabhängigkeit der elektrischen Leitfähigkeit bei 25 °C ist auch deren Verlauf bei 450 °C dargestellt. Die elektrische Leitfähigkeit nimmt erwartungsgemäß mit wachsender Frequenz zu, während Dielektrizitätszahl und Verlustfaktor abnehmen. Es zeigt sich, daß die Werte des unbehandelten Gemenges bei Raumtemperatur im

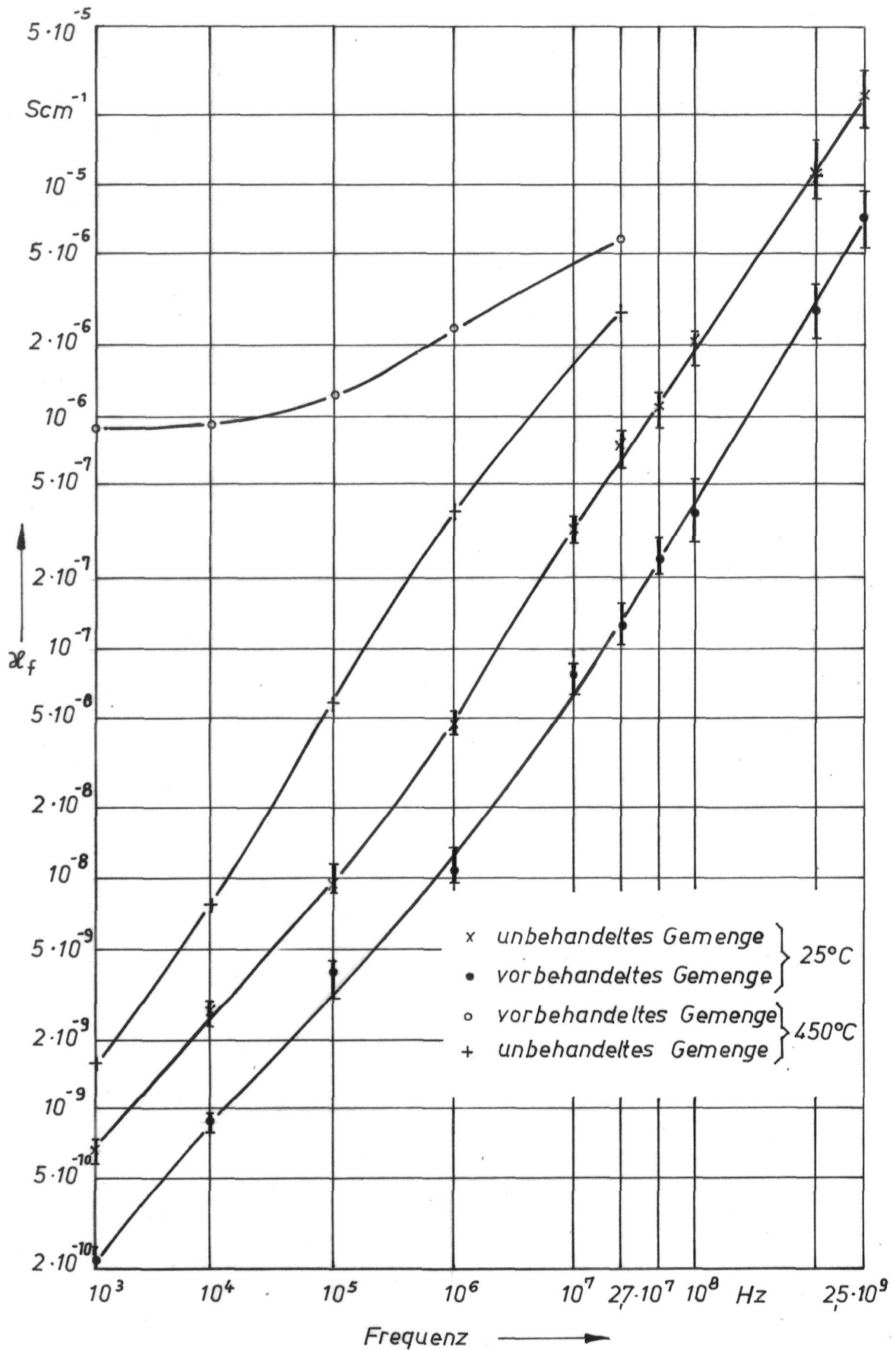


Abb. 13 Elektrische Leitfähigkeit von Biovitrokeramik-gemenge bei 25 °C und 450 °C

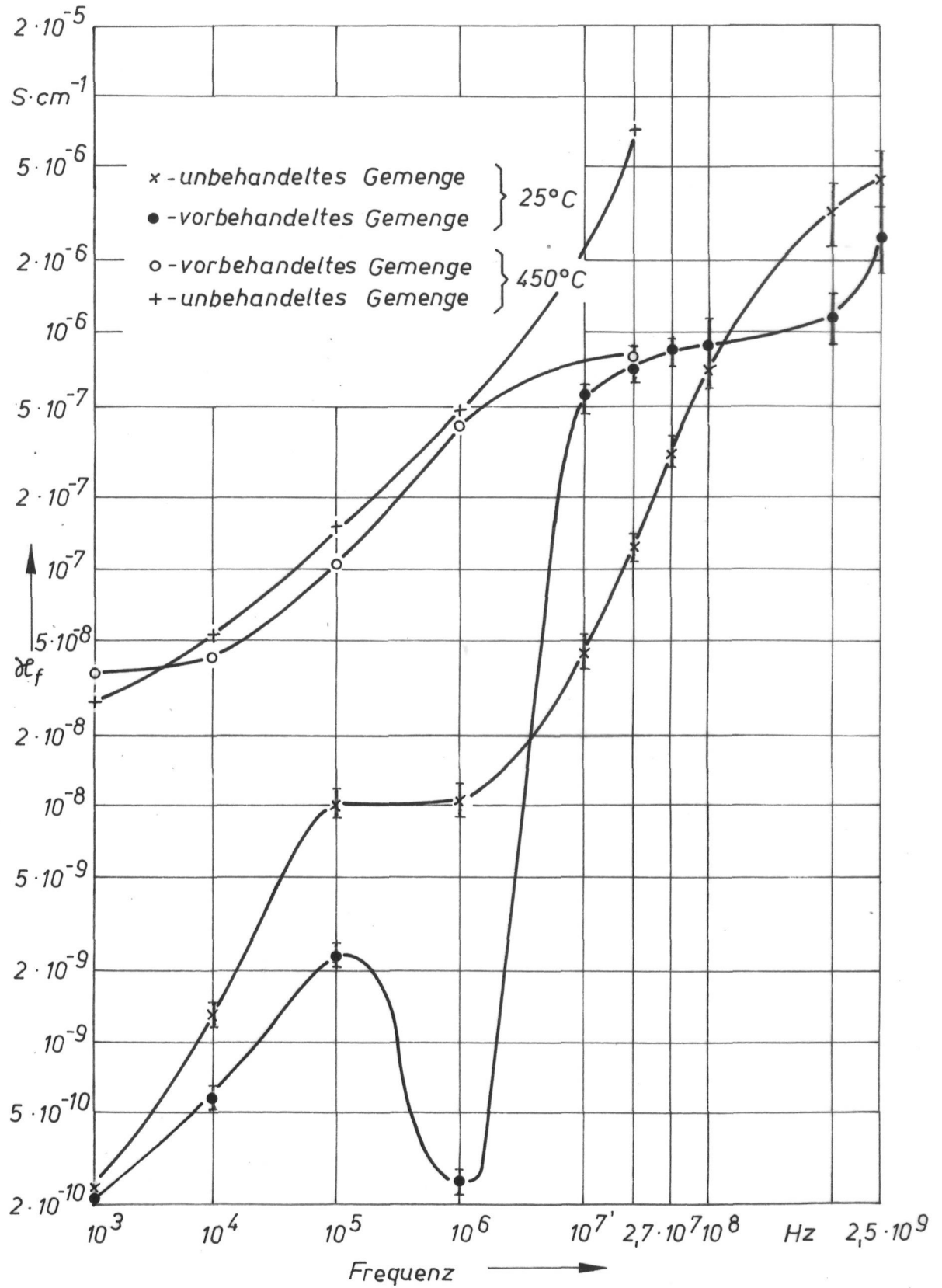


Abb. 14 Elektrische Leitfähigkeit von Substratglasgemengen bei 25 °C und 450 °C

gesamten Frequenzbereich über denen des vorbehandelten Gemenges liegen. Auf Grund des größeren Temperaturkoeffizienten der elektrischen Leitfähigkeit des vorbehandelten Gemenges stellt sich, wie Abbildung 13 zeigt, bereits bei 450 °C inverses Verhalten ein.

Die elektrische Leitfähigkeit von Substratglasgemengen wird in Abbildung 14 für Raumtemperatur und 450 °C im Frequenzbereich $10^3 \dots 2,5 \cdot 10^9$ Hz gezeigt. Der gemessene Verlustfaktor weist für Frequenzen um 10^6 Hz bei Raumtemperatur jeweils ein Minimum auf, während sich die relative Dielektrizitätszahl mit zunehmender Frequenz verringert. Unter Ausklammerung des daraus resultierendem lokalen Minimums ergeben sich für die elektrischen Leitfähigkeiten wachsende Werte mit zunehmender Frequenz. Die Minima bei 10^6 Hz und Raumtemperatur sind bei 450 °C im untersuchten Frequenzbereich nicht mehr nachweisbar. Die elektrische Leitfähigkeit des vorbehandelten Gemenges liegt sowohl bei Raumtemperatur als auch bei 450 °C niedriger als bei unbehandeltem Gemenge. Allerdings stellt sich zwischen beiden Meßkurven, wie ebenfalls aus Abbildung 14 ersichtlich ist, bei 450 °C eine bedeutend kleinere Differenz ein.

Das unbehandelte Tricalciumphosphatgemenge besitzt durch unvollständigen Umsatz von H_3PO_4 eine nicht zu vernachlässigende ohmsche Leitfähigkeit. Zusätzlich dazu bewirkt im unteren Frequenzbereich (HF-Bereich; entsprechend Abb.2) die gute Orientierbarkeit von NH_4NO_3 eine hohe Dielektrizitätszahl. Der große Unterschied zwischen unbehandeltem und vorbehandeltem TCP-Gemenge in Abbildung 15 ist auf den Austritt überschüssiger Phosphoroxide und NH_4NO_3 während der Vorbehandlung zurückzuführen. Betrachtet man dazu die Temperaturabhängigkeit der elektrischen Eigenschaften des unbehandelten Gemenges in Anlage 3 zeigt sich, welchen Einfluß NH_4NO_3 auf die elektrischen Eigenschaften ausübt. Da NH_4NO_3 bei 169 °C schmilzt und sich ab 200 °C zersetzt, nimmt die Dielektrizitätszahl im Temperaturbereich 150...300 °C um ca. 80 % ab. Daraus ergibt sich bei Raumtemperatur für das unbehandelte TCP-Gemenge über den gesamten Frequenzbereich eine wesentlich höhere Leitfähigkeit als für das vorbehandelte Gemenge. Ähnliches Frequenzverhalten der elektrischen Leitfähigkeit zwischen den TCP-Gemengen stellt sich bei 450 °C ein, wobei sich der Leit-

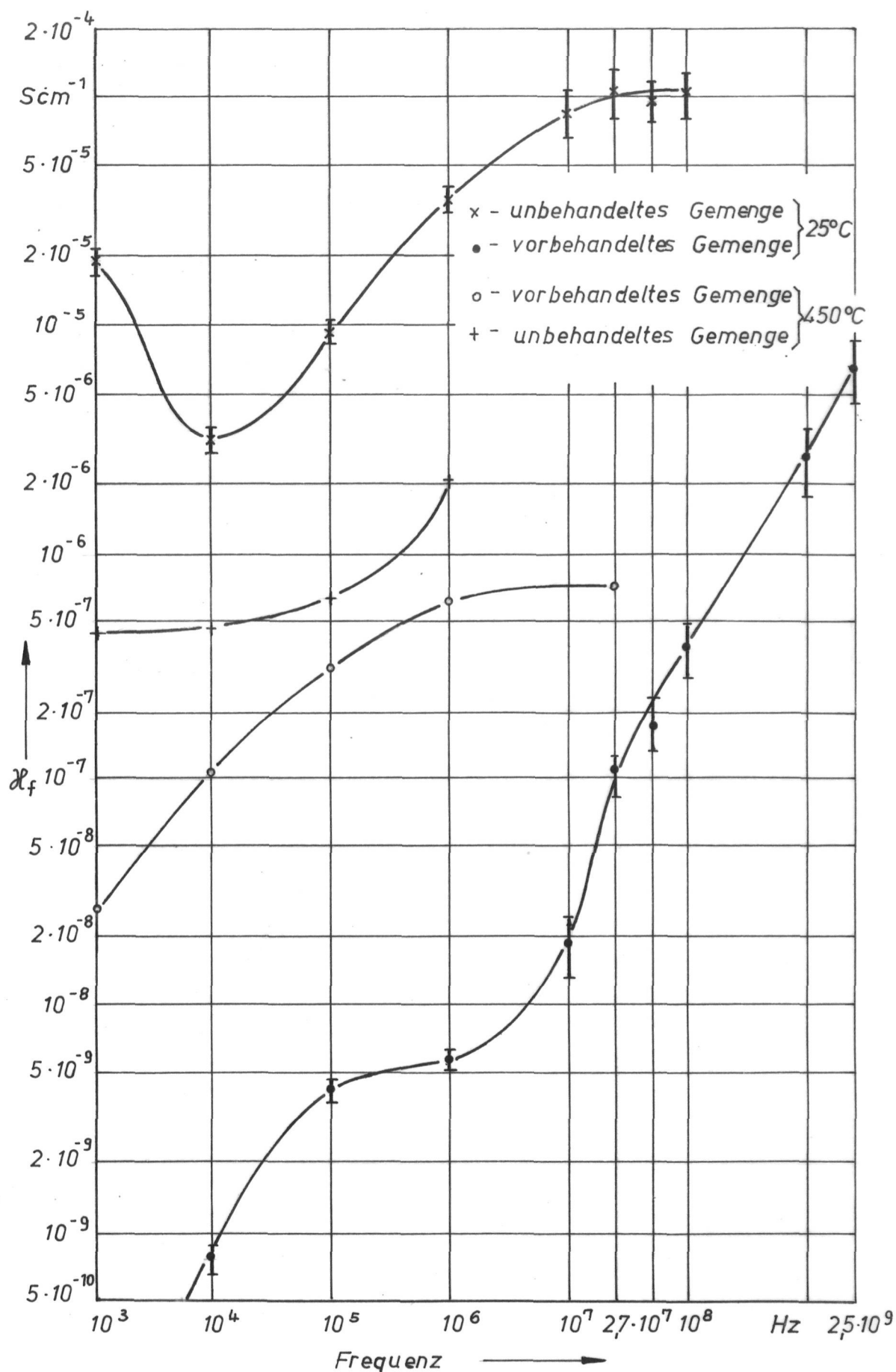


Abb. 15 Elektrische Leitfähigkeit von Tricalciumphosphatgemengen bei 25 °C und 450 °C

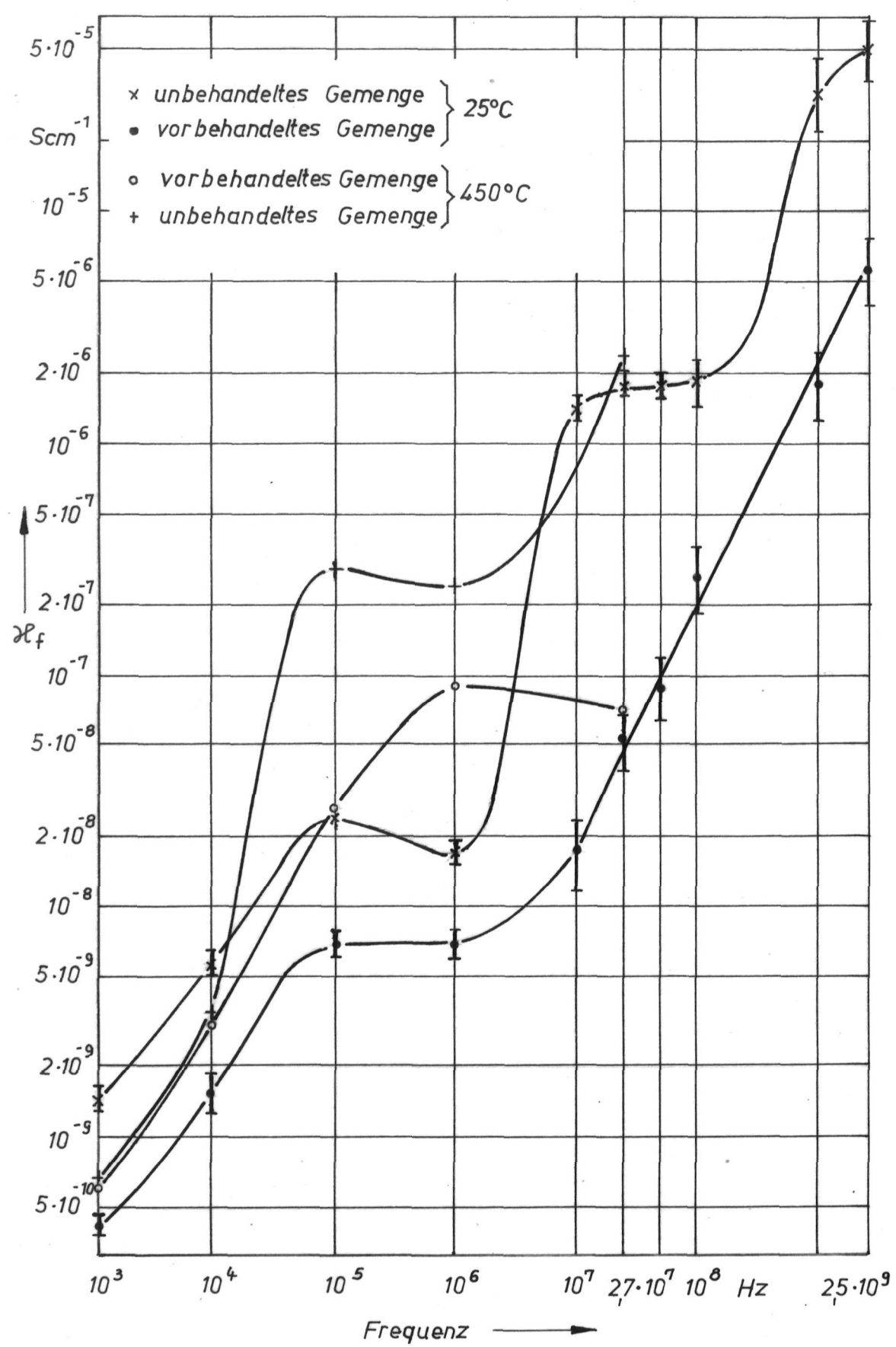


Abb. 16 Elektrische Leitfähigkeit von Borquellscheibengemengen bei 25 °C und 450 °C

fähigkeitsunterschied zwischen unbehandeltem und vorbehandeltem Gemenge deutlich verkleinert.

Abbildung 16 faßt die berechnete elektrischen Leitfähigkeit von Borquellscheibengemengen bei Raumtemperatur und 450 °C in Abhängigkeit von der Frequenz zusammen. Dabei zeigt sich eine Leitfähigkeitszunahme mit steigender Frequenz. Im Frequenzbereich $10^5 \dots 10^6$ Hz weisen alle Graphen übereinstimmend ein Maximum unterschiedlicher Intensität auf. Die Leitfähigkeitswerte des unbehandelten Gemenges liegen grundsätzlich höher als die des vorbehandelten Gemenges. In großen Bereichen der dargestellten Frequenzabhängigkeit sind für die elektrische Leitfähigkeit bei 450 °C gegenüber Raumtemperatur die höheren Werte zu verzeichnen.

Die untersuchten Phosphorquellscheibengemenge unterscheiden sich hinsichtlich ihrer Vorbehandlungstemperatur. In Abbildung 17 sind die sich daraus ergebenden elektrischen Leitfähigkeiten von PQ-Gemengen bei Raumtemperatur und 450 °C in Abhängigkeit von der Frequenz dargestellt. Die elektrische Leitfähigkeit des 700 °C vorbehandelten Gemenges liegt im gesamten Frequenzbereich unter den jeweiligen Werten des 600 °C vorbehandelten Gemenges. Im Bereich um 10^6 Hz ist ein Minimum erkennbar. Abbildung 17 verdeutlicht dennoch eine allgemeine Leitfähigkeitszunahme mit steigender Frequenz. Bei 450 °C ergibt sich ein gegenüber 25 °C flacherer Verlauf der elektrischen Leitfähigkeit.

Aus dem annähernden Parallellauf der Leitfähigkeitskurven der unterschiedlich vorbehandelten PQ-Gemenge kann bei ungenügender oder zu hoher elektrischer Leitfähigkeit eine Abschätzung zur benötigten Vorbehandlungstemperatur getroffen werden.

In Auswertung der Abbildungen 13...17 zeigt sich, daß mit wachsender Frequenz und trotz der daraus resultierenden allgemeinen Abnahme von Dielektrizitätszahl und Verlustfaktor eine Zunahme der elektrischen Leitfähigkeit erfolgt. Die Frequenzabhängigkeit der elektrischen Leitfähigkeit verläuft aber keineswegs linear. Insbesondere sind die Graphen der bei Raumtemperatur ermittelten elektrischen Leitfähigkeit von lokalen Maxima und lokalen Minima (meist um 10^6 Hz) geprägt. Im Gegensatz dazu ergeben sich bei 450 °C flache Anstiege der Leit-

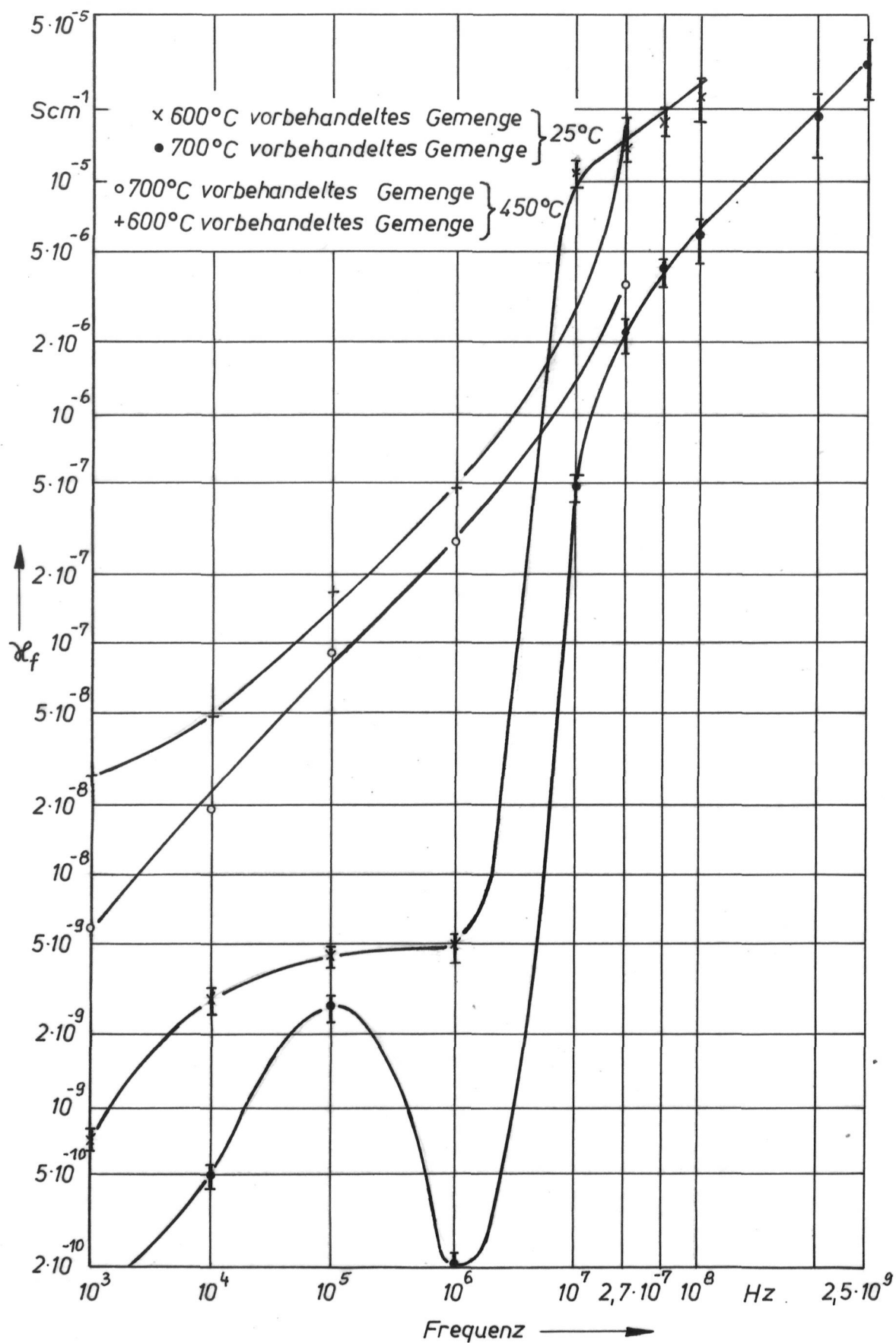


Abb. 17 Elektrische Leitfähigkeit von Phosphorquellscheibengemengen bei 25 °C und 450 °C

fähigkeitskurven. Eine Ausnahme davon bildet lediglich das unbehandelte Borquellscheibengemenge.

Im Frequenzbereich der Kondensatorfeldheizung (10...100 MHz) ist eine spürbare Abhängigkeit der elektrischen Leitfähigkeit von der Frequenz festzustellen. Sie erreicht beim unbehandelten SMO-Gemenge mit einer Zunahme von 1,5 Zehnerpotenzen ihren größten Umfang. Lediglich für unbehandelte BQ- und TCP-Gemenge und für vorbehandeltes SMO-Gemenge ist die Änderung in diesem Frequenzbereich vernachlässigbar klein.

4.5.2. Temperaturabhängigkeit der elektrischen Leitfähigkeit

Um Aussagen zur Temperaturabhängigkeit der elektrischen Leitfähigkeit zu gewinnen, wurden die während der Aufheizung gemessenen Stoffeigenschaften (Dielektrizitätszahl, Verlustfaktor) bei Meßfrequenzen von 10^6 und $2,7 \cdot 10^7$ Hz herangezogen. Nachfolgend wird die sich daraus ergebende elektrische Leitfähigkeit α_f bzgl. der Frequenzabhängigkeit und des Temperaturverlaufes graphisch ausgewertet.

Für die Biovitrokeramikgemenge ist die elektrischen Leitfähigkeit für Temperaturen zwischen 100...450 °C und bei Meßfrequenzen 10^6 Hz sowie $2,7 \cdot 10^7$ Hz in Abbildung 18 dargestellt. Dabei kann eine Zunahme der elektrischen Leitfähigkeiten bei der Gemenge mit steigender Temperatur festgestellt werden. Die Leitfähigkeitswerte bei $2,7 \cdot 10^7$ Hz Meßfrequenz liegen im dargestellten Temperaturbereich über denen von 10^6 Hz. Es zeigt sich weiterhin, daß das vorbehandelte BVK-Gemenge eine höhere Temperaturabhängigkeit aufweist als das unbehandelte.

Der Wert der ohmschen Leitfähigkeit beträgt beim unbehandelten BVK-Gemenge bei 450 °C $\alpha_{G1} \approx 8 \cdot 10^{-11} \text{ S} \cdot \text{cm}^{-1}$. Beim vorbehandelten BVK-Gemenge konnten bei 380 °C $\alpha_{G1} = 3,65 \cdot 10^{-10} \text{ S} \cdot \text{cm}^{-1}$ und bei 450 °C $\alpha_{G1} = 1,46 \cdot 10^{-9} \text{ S} \cdot \text{cm}^{-1}$ ermittelt werden. Die Werte liegen damit auch bei 450 °C noch um zwei Größenordnungen unter der elektrischen Leitfähigkeit α_f und spielen für den Erwärmungsprozeß keine Rolle.

Für die ohmsche Leitfähigkeit der Schmelze des Ausgangsglases der Biovitrokeramik lassen sich die Werte entsprechend Tabelle

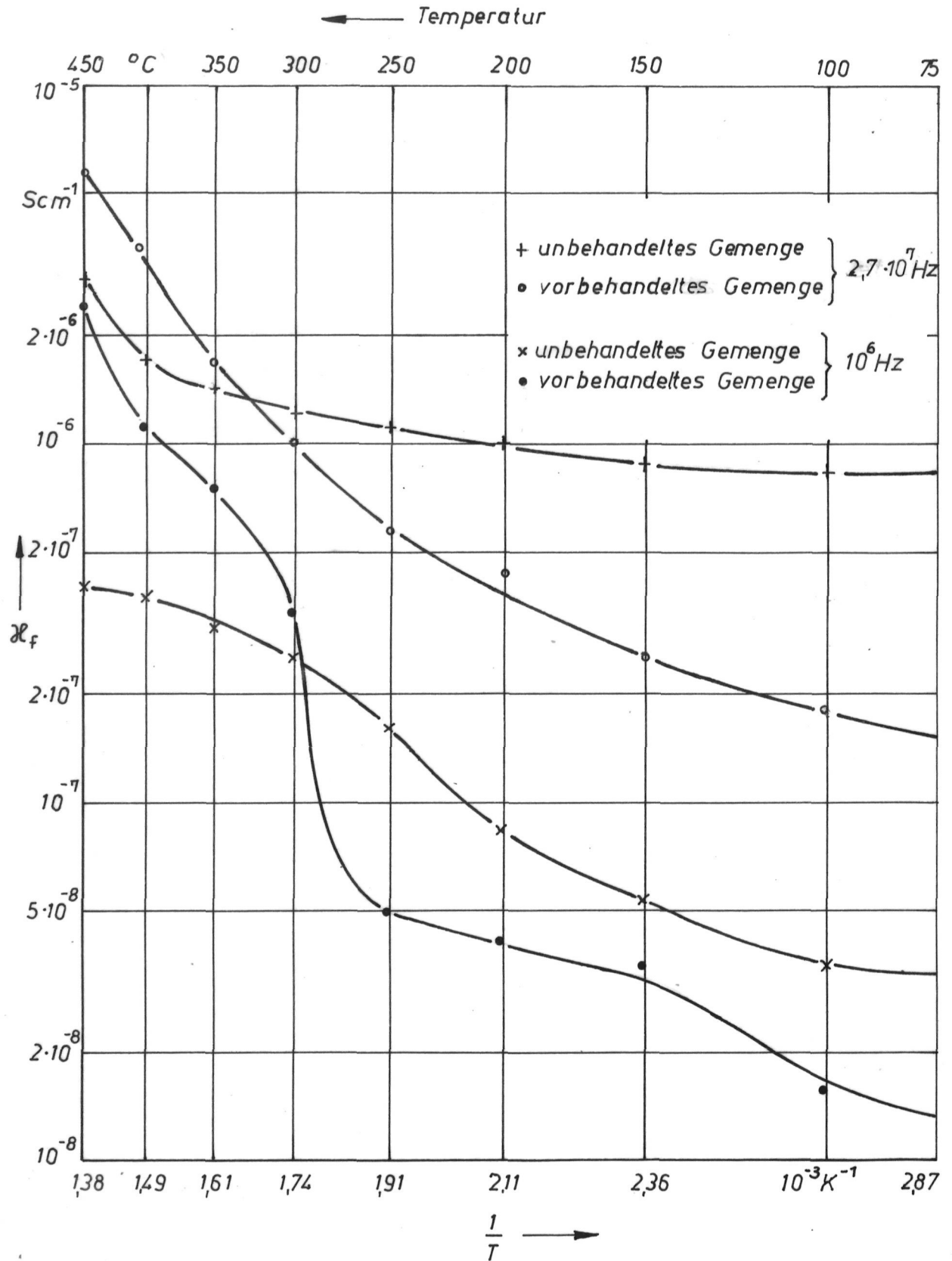


Abb. 18 Verlauf der elektrischen Leitfähigkeit von Biovitro-keramikgemengen im Temperaturbereich 75 ... 450 °C bei Meßfrequenzen von 10^6 von $2,7 \cdot 10^7 \text{ Hz}$

2 angeben. Gemessen wurde dazu der spezifische ohmsche Widerstand beim Abkühlen der Schmelze (Meßprotokoll s. Anlage 6).

Tab. 2 Ohmsche Leitfähigkeit der BVK-Schmelze

Temperatur (°C)	σ_{Gl} ($10^{-2} \text{ S} \cdot \text{cm}^{-1}$)
1100	0,57
1150	1,19
1200	2,15
1250	3,57
1300	6,89
1350	16,67
1400	26,32
1450	33,33
1500	47,62
1550	62,50

Abbildung 19 gibt einen Überblick über die elektrische Leitfähigkeit von Substratglasgemengen. Die Darstellung der elektrischen Leitfähigkeit läßt eine starke Temperaturabhängigkeit bei 10^6 Hz , insbesondere beim vorbehandelten Gemenge, erkennen. Über das Temperaturintervall 25...450 °C ändert sich die elektrische Leitfähigkeit um mehr als 3 Dekaden. Diese außerordentlich starke Änderung ist auf einen Resonanzprozeß zurückzuführen, der durch ein Maximum der Dielektrizitätszahl bei 400 °C und durch ein Maximum des Verlustfaktors bei 430 °C gekennzeichnet ist. Die Werte der elektrischen Leitfähigkeit bei $2,7 \cdot 10^7 \text{ Hz}$ liegen über den entsprechenden von 10^6 Hz . Die höchsten Leitfähigkeitswerte repräsentiert das unbehandelte SMO-Gemenge bei $2,7 \cdot 10^7 \text{ Hz}$. Die ohmsche Leitfähigkeit des unbehandelten und des vorbehandelten SMO-Gemenges bei 450 °C liegt mit $10^{-12} \text{ S} \cdot \text{cm}^{-1}$ um ca. 5 Größenordnungen niedriger als die gemessene elektrische Leitfähigkeit im HF-Bereich.

Für die Schmelze des SMO-Grundglases wurden auf der Grundlage des gemessenen spezifischen ohmschen Widerstandes (s. Anlage 7) die in Tabelle 3 aufgeführten Leitfähigkeitswerte berechnet.

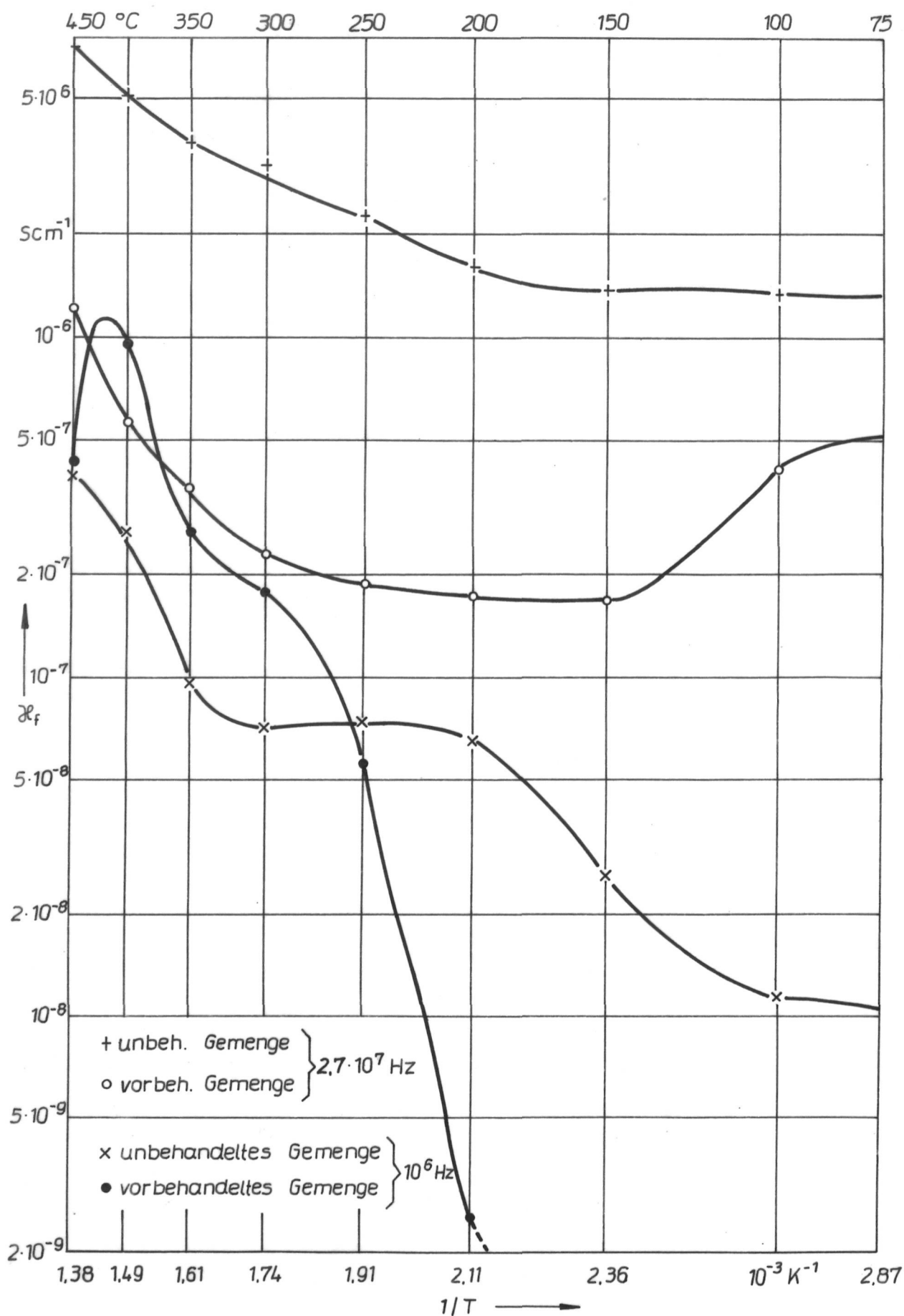


Abb. 19 Verlauf der elektrischen Leitfähigkeit von Substratglasgemengen im Temperaturbereich 75 ... 450 °C bei Meßfrequenzen von 10^6 und $2.7 \cdot 10^7 \text{ Hz}$

Tab. 3 Ohmsche Leitfähigkeit der SMO-Schmelze

Temperatur (°C)	κ_{G1} ($10^{-2} \text{ S} \cdot \text{cm}^{-1}$)
1100	0,038
1150	0,076
1200	0,353
1250	0,476
1300	0,820
1350	1,43
1400	2,38
1450	2,63
1500	5,00
1550	8,33

Unbehandeltes TCP-Gemenge besitzt eine ausgesprochen hohe Leitfähigkeit. Bereits bei Raumtemperatur erreicht die ohmsche Leitfähigkeit Werte von $3,54 \cdot 10^{-9} \text{ S} \cdot \text{cm}^{-1}$. Bei höheren Temperaturen treten folgende ohmsche Leitfähigkeitswerte auf:

100 °C	$1,01 \cdot 10^{-8} \text{ S} \cdot \text{cm}^{-1}$
150 °C	$2,72 \cdot 10^{-8} \text{ S} \cdot \text{cm}^{-1}$
200 °C	$2,83 \cdot 10^{-8} \text{ S} \cdot \text{cm}^{-1}$
250 °C	$2,62 \cdot 10^{-8} \text{ S} \cdot \text{cm}^{-1}$
300 °C	$1,72 \cdot 10^{-8} \text{ S} \cdot \text{cm}^{-1}$
350 °C	$1,04 \cdot 10^{-8} \text{ S} \cdot \text{cm}^{-1}$
400 °C	$7,30 \cdot 10^{-9} \text{ S} \cdot \text{cm}^{-1}$
450 °C	$5,90 \cdot 10^{-9} \text{ S} \cdot \text{cm}^{-1}$

Durch diese hohe ohmsche Leitfähigkeit werden im untersuchten HF-Bereich ebenfalls sehr hohe elektrische Leitfähigkeiten hervorgerufen. Abbildung 20 gibt die Temperaturabhängigkeit der elektrischen Leitfähigkeit κ_f des unbehandelten TCP-Gemenges wieder. Für die Frequenz $2,7 \cdot 10^7 \text{ Hz}$ lagen die Meßwerte von Probenwiderstand und Kapazität außerhalb des Meßbereiches des Verlustfaktormeßgerätes. Die Berechnung und Darstellung der elektrischen Leitfähigkeit κ_f waren deshalb nicht möglich.

Auf der Grundlage der ohmschen Leitfähigkeit, der Temperaturabhängigkeit der Leitfähigkeit bei 10^6 Hz und der elektrischen Leitfähigkeit bei $2,7 \cdot 10^7 \text{ Hz}$ (25 °C) kann im Temperaturbereich bis 200 °C mit Leitfähigkeitswerten um $10^{-4} \text{ S} \cdot \text{cm}^{-1}$ und darüber hinaus mit abfallenden Werten gerechnet werden. Bei 300 °C wird der Leitfähigkeitswert auf $5,00 \cdot 10^{-5} \text{ S} \cdot \text{cm}^{-1}$ geschätzt (Abb.23).

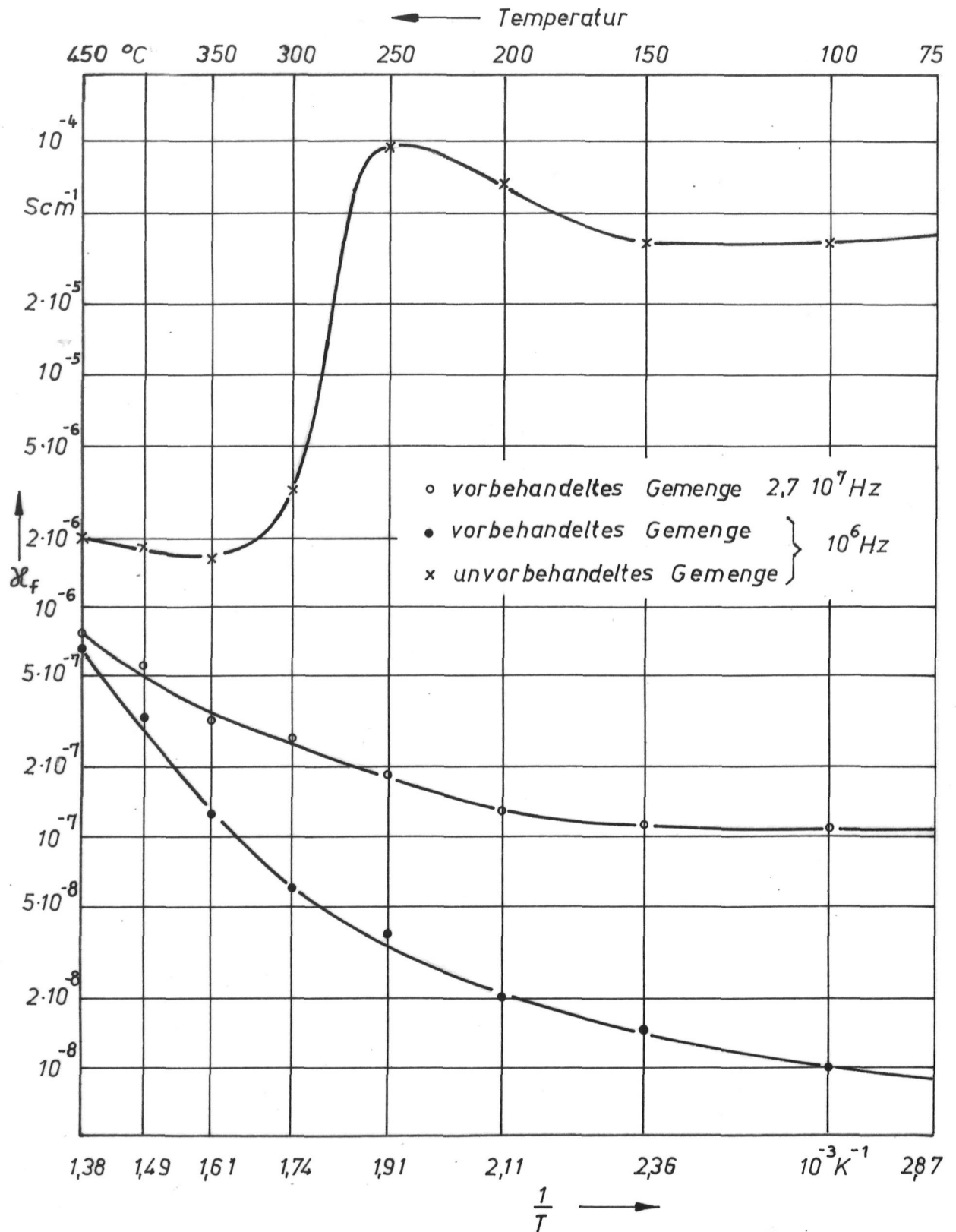


Abb. 20 Verlauf der elektrischen Leitfähigkeit von Tricalciumphosphatgemengen im Temperaturbereich 75 ... 450 °C bei Meßfrequenzen von 10^6 und $2,7 \cdot 10^7 Hz$

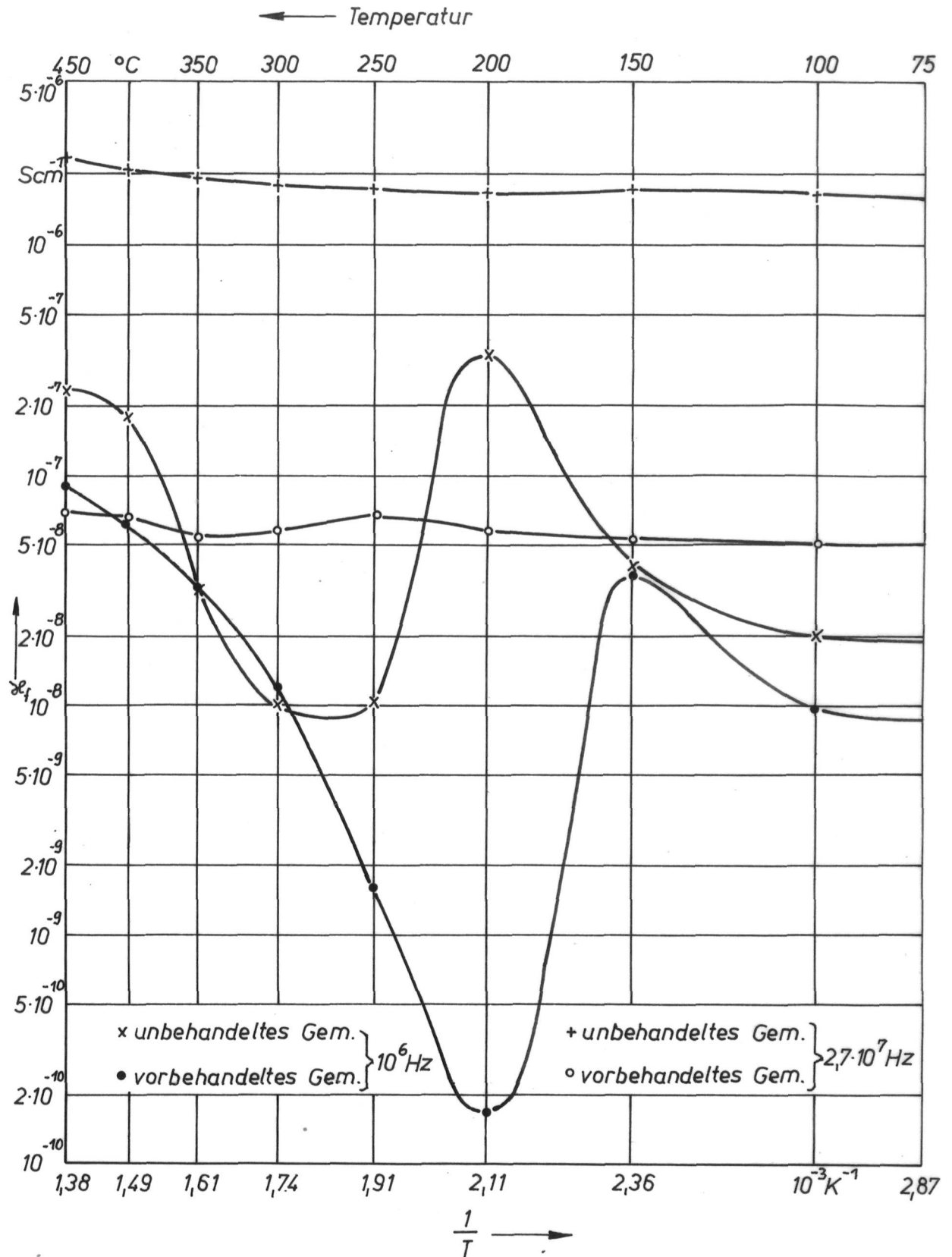


Abb. 21 Verlauf der elektrischen Leitfähigkeit von Borquellscheibengemengen im Temperaturbereich 75 ... 450 °C bei Meßfrequenzen von 10^6 und $2,7 \cdot 10^7 \text{ Hz}$

Die Werte der elektrischen Leitfähigkeit für das vorbehandelte TCP- Gemenge liegen, wie Abbildung 20 ebenfalls zeigt, beträchtlich unter denen des unbehandelten Gemenges. Die Leitfähigkeitsverläufe der vorbehandelten Gemenge sind einander ähnlich, wobei sich für $2,7 \cdot 10^{-7}$ Hz die höheren Werte einstellen. Die ohmsche Leitfähigkeit des vorbehandelten TCP-Gemenges weist bei 400°C $1,17 \cdot 10^{-10} \text{ S} \cdot \text{cm}^{-1}$ und bei 450°C einen Wert von $3,98 \cdot 10^{-10} \text{ S} \cdot \text{cm}^{-1}$ auf.

In Abbildung 21 ist der Verlauf der Temperaturabhängigkeit der elektrischen Leitfähigkeit von Borquellscheibengemengen dargestellt. Sie wird bei der Meßfrequenz 10^6 Hz sowohl bei vorbehandeltem als auch bei unbehandeltem BQ-Gemenge durch einen Resonanzprozeß gekennzeichnet. Für die Dielektrizitätszahl des unbehandelten Gemenges liegt das Maximum bei 200°C und für den Verlustfaktor bei 210°C . Beim vorbehandelten Gemenge stellt sich dieser Resonanzprozeß bei ca. 150°C ein. Auffallend sind die geringe Temperaturabhängigkeit der elektrischen Leitfähigkeit bei $2,7 \cdot 10^7$ Hz sowie die große Leitfähigkeitsdifferenz von ca. 1,5 Dekaden zwischen vorbehandeltem und unbehandeltem BQ-Gemenge bei dieser Frequenz.

Die ohmsche Leitfähigkeit von unbehandeltem und vorbehandeltem BQ-Gemenge liegt bei 450°C unter $10^{-12} \text{ S} \cdot \text{cm}^{-1}$.

Die Darstellung der Leitfähigkeitsverläufe von Phosphorquellscheibengemengen in Abbildung 22 zeigt für $2,7 \cdot 10^7$ Hz Graphen mit nur geringem Anstieg, die mit zunehmender Temperatur höhere Leitfähigkeiten angeben. Bei 10^6 Hz ergeben sich für das 700°C vorbehandelte PQ-Gemenge im Temperaturbereich unter 150°C deutlich niedrigere Werte als für das 600°C vorbehandelte Gemenge. Oberhalb 200°C verlaufen die Graphen annähernd parallel, wobei sich für das 700°C vorbehandelte Gemenge nur noch geringfügig niedrigere Werte ergeben. Bei $2,7 \cdot 10^7$ Hz zeigt sich ein annähernd konstanter und höherer Wert für das 600°C vorbehandelte Gemenge. Die Differenz zum 700°C vorbehandelten Gemenge beträgt rund eine Dekade. Mit zunehmender Leitfähigkeit nimmt auch die Temperaturabhängigkeit zu.

Die ohmschen Leitfähigkeiten bei 450°C betragen für das 600°C vorbehandelte PQ-Gemenge $6,0 \cdot 10^{-10} \text{ S} \cdot \text{cm}^{-1}$ und für das 700°C vorbehandelte Gemenge $7,7 \cdot 10^{-11} \text{ S} \cdot \text{cm}^{-1}$. Für das unbehandelte Gemenge (Gemengebrei) wurde eine ohmsche Leitfähigkeit

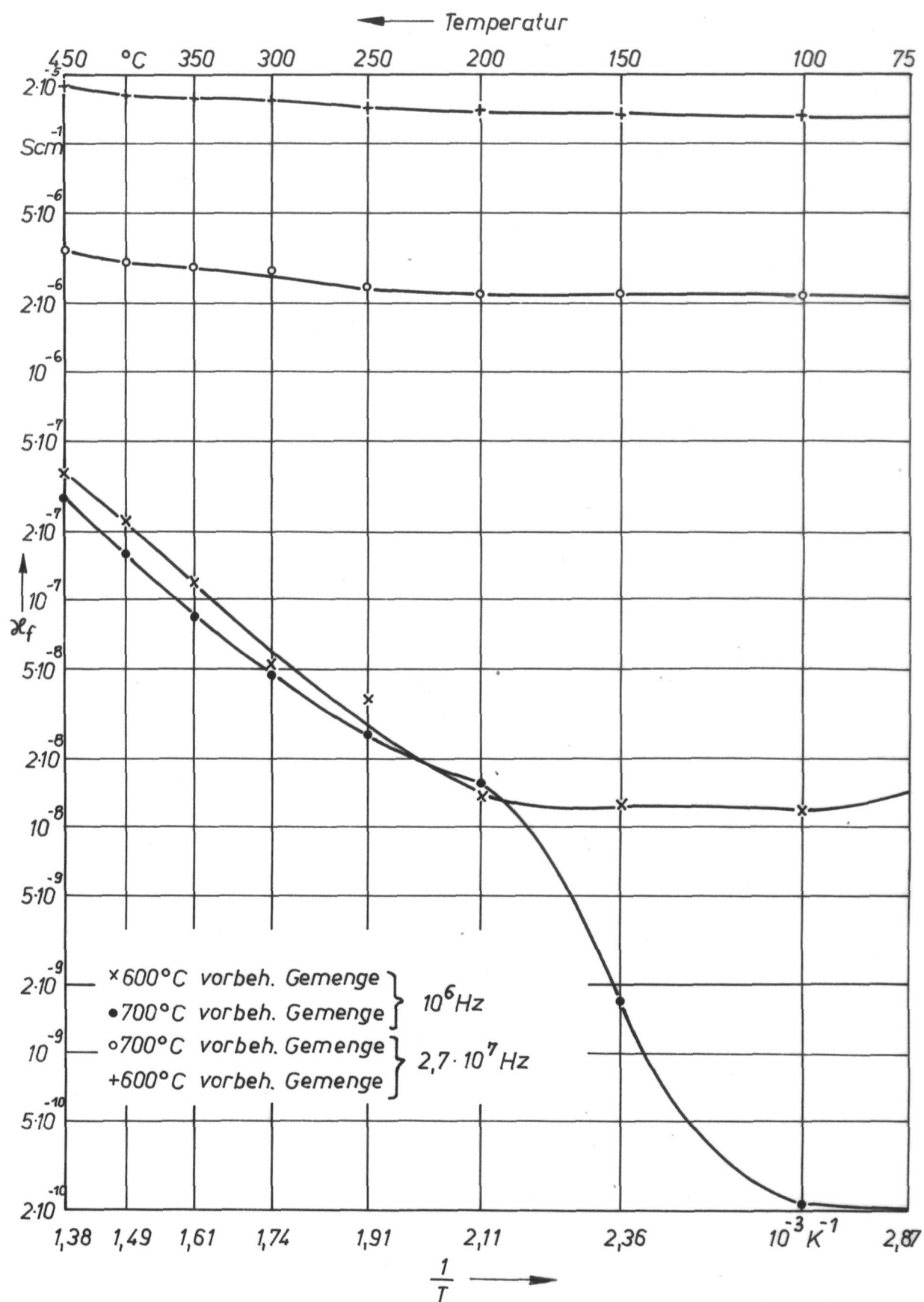


Abb. 22 Verlauf der elektrischen Leitfähigkeit von Phosphor-quellscheibengemengen im Temperaturbereich 75 ... 450 $^{\circ}C$ bei Meßfrequenzen von 10^6 und $2,7 \cdot 10^7 Hz$

von $5,1 \cdot 10^{-2} \text{ S} \cdot \text{cm}^{-1}$ bei Raumtemperatur gemessen.

Aus der Untersuchung der Temperaturabhängigkeit der Gemengeeigenschaften kann eine allgemeine Zunahme der elektrischen Leitfähigkeit mit steigender Temperatur abgeleitet werden. Die Ursache liegt darin, daß sich beide Anteile der elektrischen Leitfähigkeit, also sowohl der Anteil der durch Gleichstromfluß (exponentieller Anteil) verursacht wird, als auch der Anteils des frequenzabhängigen Verschiebungsstromflusses mit zunehmender Temperatur erhöhen (vergl. Kap. 3.4.).

Für die Meßfrequenz $2,7 \cdot 10^7 \text{ Hz}$ lassen sich gegenüber 10^6 Hz bis auf wenige Ausnahmen höhere Leitfähigkeiten im gesamten untersuchten Temperaturbereich angeben, wobei die Temperaturabhängigkeit geringer ist als bei 10^6 Hz .

4.5.3. Vergleich zwischen den elektrischen Leitfähigkeiten der Gemenge bei 27 MHz

Für die Durchführung der Kondensatorfeldheizung ist der Frequenzbereich 10...27...100 MHz von besonderem Interesse. In der Regel erfolgt die Erwärmung von Raumtemperatur aus.

Eine Ordnung der Gemenge entsprechend der Größe ihrer elektrischen Leitfähigkeit im untersuchten Temperaturbereich und der angewendeten Arbeitsfrequenz von 27 MHz ist aus Abbildung 23 ersichtlich.

Dabei zeigt das unbehandelte TCP-Gemenge die höchste Leitfähigkeit. Danach folgen im Abstand von ca. einer Zehnerpotenz die vorbehandelten Phosphorquellscheibengemenge. Diese sind die alleinigen Vertreter von vorbehandelten Gemengen mit hoher Leitfähigkeit. Ihnen folgen die restlichen unbehandelten Gemenge, die eine höhere Leitfähigkeit aufweisen als die vorbehandelten Gemenge.

Der Leitfähigkeitsunterschied zwischen behandelten und vorbehandelten Gemengen ist gemengespezifisch sehr differenziert. Zwischen unbehandeltem und vorbehandeltem SMO-Gemenge treten die geringsten Unterschiede auf. Große Differenzen stellen sich zwischen unbehandeltem und vorbehandeltem Zustand des BQ-Gemenges ein, während das TCP-Gemenge mit drei Dekaden die

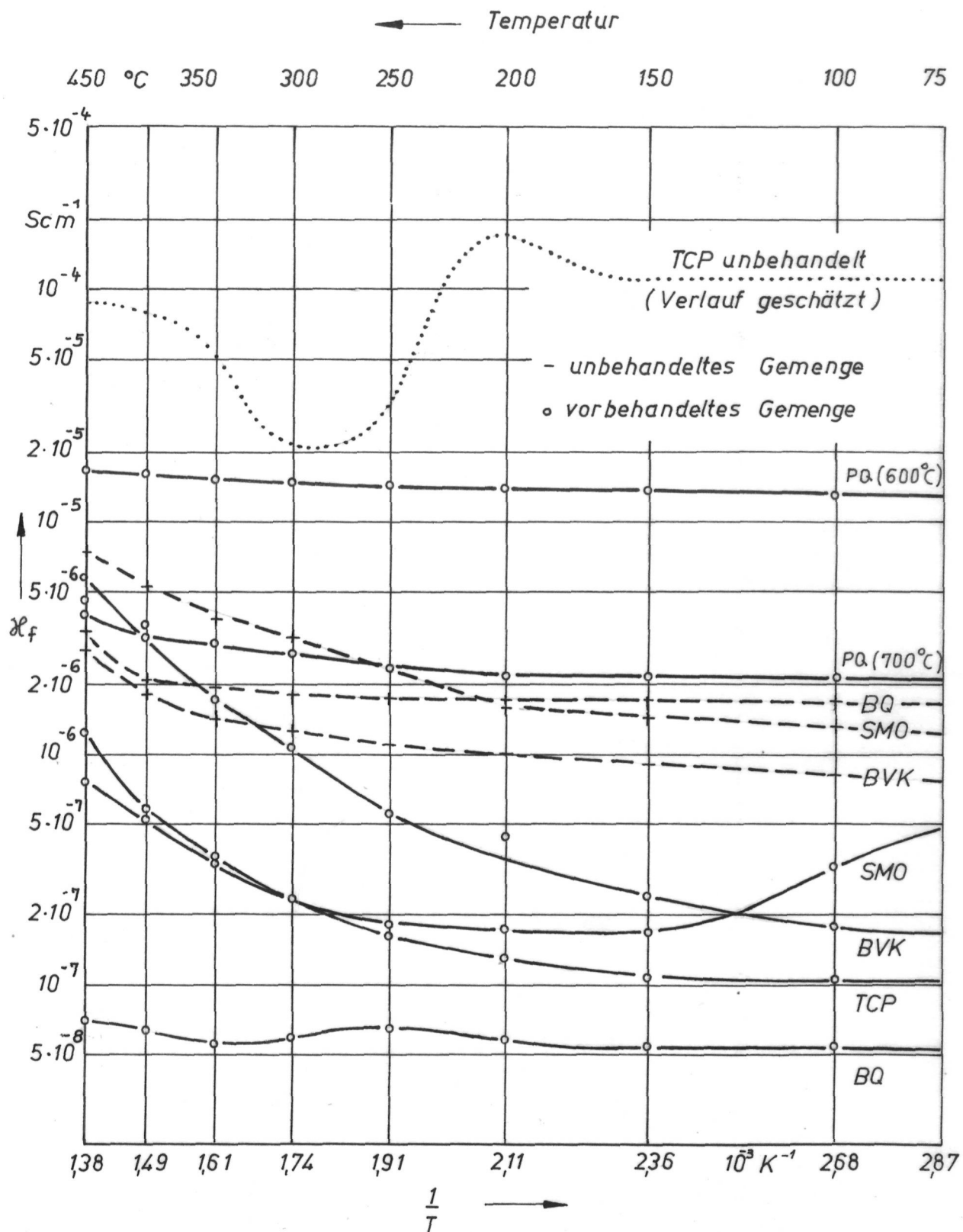


Abb. 23 Temperaturabhängigkeit der elektrischen Leitfähigkeit unbehauelter und vorbehandelter Gemenge bei 27 MHz

größten Abweichungen aufweist.

Die Abbildung 23 zeigt weiterhin, daß das unbehandelte TCP-Gemenge und das 600 °C vorbehandelte PQ-Gemenge mit Abstand die höchsten elektrischen Leitfähigkeiten besitzen. Beiden Gemengen ist ein hoher Anteil an Phosphorsäure im Gemengesatz zu eigen, der zu den hohen Leitfähigkeitswerten beiträgt.

Es kann eindeutig ein leitfähigkeitsvermindernder Einfluß der Vorbehandlung festgestellt werden, der sich je nach Vorbehandlungstemperatur, -dauer und chemischer Zusammensetzung des Gemenges unterschiedlich auswirkt. Vom Gesichtspunkt der elektrischen Leitfähigkeit aus sind damit die Mehrzahl der unbehandelten Gemenge besser für die dielektrische Erwärmung geeignet.

Bei fast allen Gemengen - außer vorbehandeltes BVK- und SMO-Gemenge- zeigen sich bis ca. 350 °C nur unwesentliche temperaturabhängige Leitfähigkeitszunahmen. Das vorbehandelte BVK-Gemenge besitzt eine kontinuierliche Zunahme der elektrischen Leitfähigkeit im betrachteten Temperaturbereich. Für das vorbehandelte SMO-Gemenge ist im Gegensatz dazu eine Leitfähigkeitsabnahme (Minimum ϵ'_r : 250 °C, Minimum $\tan \delta$: 300 °C) bis zu Temperaturen von 150 °C und eine sich anschließende Zunahme festzustellen, so daß bei 415 °C der ursprüngliche Leitfähigkeitswert von Raumtemperatur wieder erreicht wird.

4.6. Gemengemodifizierung

Durch gezielte Rohstoffauswahl ist versucht worden, sowohl die energieaufwendige Vorbehandlung zu umgehen, als auch günstigere elektrische Eigenschaften zu erzeugen.

Entsprechende Untersuchungen erfolgten am SMO-Gemenge. So wurden die gasabspaltenden Rohstoffe Magnesium- und Calciumcarbonat des unbehandelten Gemenges ersetzt und anstatt des TiO_2 -Rohstoffes Anatas ($\epsilon'_r \approx 30$) Rutil ($\epsilon'_r \approx 90$) eingeführt. Das modifizierte SMO-Gemenge setzt sich damit aus folgenden Rohstoffen zusammen: Quarzmehl (SiO_2), CaTiO_3 (N1500/I), MgSiO_3 (P100/III), Al_2O_3 und Rutil.

Bei Raumtemperatur erreichte das modifizierte SMO-Gemenge eine

elektrische Leitfähigkeit von $\kappa_f = 9,32 \cdot 10^{-7} \text{ S} \cdot \text{cm}^{-1}$. Dieser Wert liegt geringfügig höher als der des vorbehandelten SMO-Gemenges ($\kappa_f = 7,52 \cdot 10^{-7} \text{ S} \cdot \text{cm}^{-1}$), aber niedriger als die Leitfähigkeit des unbehandelten Gemenges. Da sich für das modifizierte SMO-Gemenge nur eine geringfügige Leitfähigkeitserhöhung einstellt, die zudem den Einsatz von NSW-Rohstoffen bedingt, erfolgten im Ergebnis der Ermittlung der Leitfähigkeit keine Schmelzversuche.

5. Hochfrequenz - Schmelzanlage

5.1. Allgemeiner Aufbau

Zur Realisierung der dielektrischen Kondensatorfeldheizung wurde eine Versuchsanlage aufgebaut. Die schematische Darstellung dieser Anlage zeigt Abbildung 24.

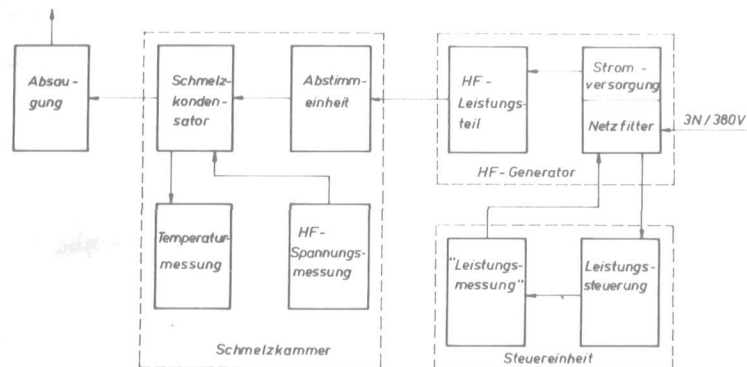


Abb. 24 Blockschaltbild der HF-Schmelzanlage

Um die vom HF-Generator gelieferte Energie optimal in den Schmelzkondensator mit seinem zu erwärmenden Arbeitsgut übertragen zu können, ist die Abstimm-einheit am Schmelzkondensator angeschlossen. Sie ermöglicht die Anpassung zwischen Anodenschwingkreis des Generators und dem Arbeitsgut. Die Steuereinheit dient dazu, den Leistungseintrag in den Schmelzkondensator gezielt zu beeinflussen.

Wie aus Abbildung 25 und dem Blockschaltbild (Abb. 24) ersichtlich ist, sind die vier Baugruppen der HF-Schmelzanlage -

HF-Generator, Steuereinheit, Schmelzkammer und Absaugung - räumlich voneinander getrennt untergebracht.

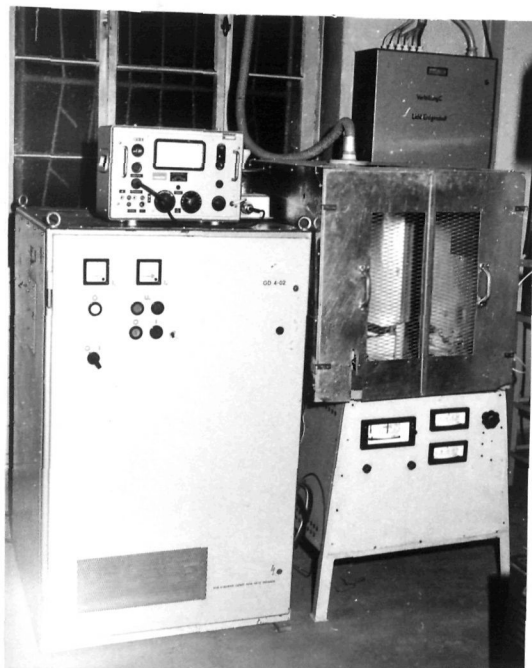


Abb. 25

Gesamtansicht der HF-Schmelzanlage

In den folgenden Kapiteln erfolgt eine nähere Beschreibung der Baugruppen der HF-Schmelzanlage.

5.2. Gerätetechnische Ausführung der HF-Schmelzanlage

5.2.1. HF-Leistungsgenerator

Ausgangspunkt zum Aufbau einer Schmelzanlage ist der HF-Generator, dessen Frequenz im Bereich von 10...100 MHz liegen muß. Auf Grund bestehender, auch international geltender Verordnungen ist die Arbeitsfrequenz nicht frei wählbar. Für die folgenden Frequenzen bestehen keine Einschränkungen bzgl. Störspannung und Störfeldstärke /37/, so daß sie als Arbeitsfrequenzen industrieller HF-Generatoren Anwendung finden;

13,56 MHz	±	6,78 kHz
27,12 MHz	±	162,72 kHz
40,68 MHz	±	20,34 kHz
433,92 MHz	±	867,80 kHz
2375,00 MHz	±	50,00 kHz.

In der DDR wurden bis Anfang der siebziger Jahre HF-Generatoren mit einer Arbeitsfrequenz von 27,12 MHz und 0,5...4 kW HF-Leistung im VEB Steramat "H. Schlimme", Berlin hergestellt. HF-Generatoren gleicher Frequenz fertigen zur Zeit der VEB TUR

"H. Matern", Hohenneuendorf (ca. 500 W) und die Fa. Grunert, Gera (800 W).

Im Rahmen des RGW ist das ZEZ Prag auf die Herstellung von Generatoren der Frequenz 27,12 MHz spezialisiert. Das Herstellungsprogramm /14/ umfaßt Generatoren mit Leistungen im Bereich 1,2...50 kW. Darüber hinaus ist bekannt, daß in der UdSSR Generatoren der Frequenz 40,68 MHz gefertigt werden (z.B. EMA-Werke, Moskau). Im NSW werden Generatoren geeigneter Frequenz mit HF-Leistungen über 200 kW angeboten (z. B. Herfurth, Siemens, Radyne, Flodins u.a.m.).

Da es im Bearbeitungszeitraum nicht möglich war, einen modernen HF-Generator zu beschaffen, mußte zur Durchführung der notwendigen Experimente auf ein älteres DDR-Fabrikat zurückgegriffen werden.

Als Energieerzeuger der aufgebauten Schmelzanlage wurde ein HF-Leistungsgenerator vom Typ HfGD4-01, Baujahr 1971, verwendet. Dabei handelt es sich um einen frequenzstarken Röhrengenerator mit 27,12 MHz Arbeitsfrequenz. In Abhängigkeit von der Vorwahl dreier Leistungsstufen ist eine Leistungsabgabe von maximal 4 kW möglich. Der Generator selbst ist in einem allseitig geschlossenen Gehäuse untergebracht (Abb. 25). Er besteht, wie auch aus Abbildung 24 ersichtlich ist, aus den Baugruppen HF-Leistungsteil und Stromversorgung mit LC-Netzfilter, Heizspannungserzeugung und Anodenspannungsgleichrichtung. Diese Baugruppen sind fest im Gehäuse montiert und elektrisch miteinander verbunden. Der HF-Leistungsteil, als selbsterregter einstufiger Leistungsoszillator ausgeführt, arbeitet mit einem Topfkreis als Anodenschwingkreis. Abbildung 26 verdeutlicht den schaltungstechnischen Aufbau des Leistungsoszillators. Heiz- und Anodenspannung versorgen vier parallelgeschaltete Leistungs-Trioden SRS 362 (VR1 - VR4). Die Drosseln (Dr3 - Dr6) gleichen die Kennlinien der vier Röhren an. Diese arbeiten auf den Anodenschwingkreis, der durch die Pallelschaltung von Spule L1 und Kondensator C30 (Topfkreis) gebildet wird. Durch die Kondensatoren C27 und C28 wird die Anodengleichspannung vom Anodenschwingkreis abgeblockt. Die Rückkopplung erfolgt über Spule L3, die induktiv mit Spule L1 gekoppelt ist. Eine exakte Einstellung der Arbeitsfrequenz von 27,12 MHz kann am Kondensator C23 vorgenommen werden, der in Reihe zu Spule L3 liegt.

VR1 - VR4 : SRS 362

VD1 : GA 107

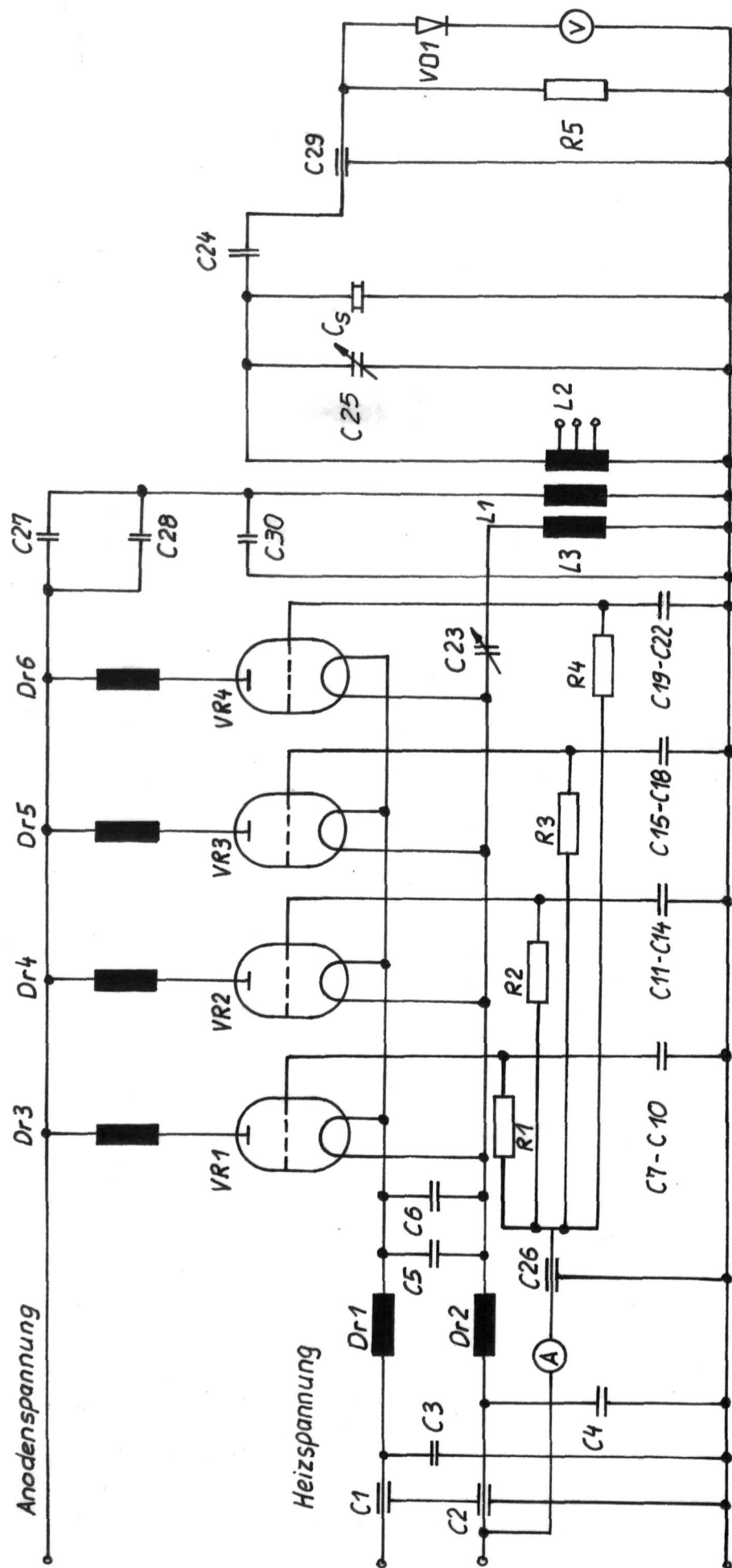


Abb. 26 Schaltung des HF-Leistungsteils mit Abstimmereinheit und Schmelzkondensator

Die erzeugte hochfrequente Arbeitsspannung wird induktiv von Spule L1 zu Spule L2 ausgekoppelt. Die Ausgangsspannung ist asymmetrisch, d.h. ein Pol ist geerdet. Zwei eingebaute Ventilatoren sorgen für ausreichende Kühlung der Röhren und Bauelemente. Die der Stromversorgung über die Steuereinheit zugeführte Spannung von 3/N 0...380 V/50 Hz wird durch einen Hochspannungstransformator auf maximal 3,5 kV umgespannt. Zur Gleichrichtung dienen drei Röhrendioden RG 1000/3000, die als dreiphasiger Einweggleichrichter geschaltet sind. Die entstehende Gleichspannung steht den Leistungs-Trioden (VR1 - VR4) als Anodenspannung zur Verfügung. Durch die Möglichkeit der kontinuierlichen Änderung der Anodenspannung ist die durch den HF-Leistungsteil bereitgestellte HF-Energie in einem breiten Umfang frei wählbar.

Um ein optimales Arbeiten des HF-Generators zu gewährleisten, muß er den jeweiligen Lastverhältnissen angepaßt werden. Diese Anpassung wird über die Abstimmeinheit realisiert. Dabei ist die Höhe des Anodenstromes ein Maß für die von den Gleichrichterröhren abgegebene Leistung. Wird der Generator zu stark belastet (bedämpft), bricht die HF-Spannung zusammen. Der Gitterstrom geht zurück, und der Anodenstrom steigt an. Beim Überschreiten des zulässigen Anodenstromes ($I_a > 1,6 \text{ A}$) schaltet das Anodenstromrelais die Hochspannung ab. Ist der Generator zu gering belastet, steigt die HF-Spannung und der Gitterstrom an; der Anodenstrom geht zurück. Übersteigt der Gitterstrom seinen zulässigen Wert ($I_g > 0,5 \text{ A}$), schaltet das Gitterstromrelais ebenfalls die Hochspannung ab.

Zwischen diesen beiden Belastungsfällen liegt die optimale Belastung (Anpassung) des HF-Generators, bei der er mit größtem Wirkungsgrad (ca. 40 %) HF-Energie erzeugt.

5.2.2. Leistungssteuerung

Zur Regelung des Erwärmungsvorganges dient die Leistungssteuerung (Abb. 24), die eine Einstellung der HF-Spannung U_{cs} am Schmelzkondensator von Null bis zu einem Maximalwert gewährleistet. Die aufgebaute Leistungssteuerung stellt durch einen 3-Phasen-Stelltransformator dem Hochspannungstransformator des

HF-Generators eine von Hand einstellbare Spannung im Bereich 0...380 V zur Verfügung. Die daraus resultierende veränderliche Anodenspannung bewirkt eine entsprechende Höhe der HF-Spannung am Schmelzkondensator. Die Leistungssteuerung ist Voraussetzung zur Einhaltung vorgeschriebener Spannungswerte bzw. Feldstärken. Sie gestattet damit eine gute Dosierbarkeit des Erwärmungsprozesses.

Das gewählte Prinzip der Anodensteuerung gewährleistet eine hohe Lebensdauer der Gleichrichterröhren und Leistungstrioden. Es beeinflusst im Vergleich zu den Prinzipien der kapazitiven Spannungsteilung sowie veränderbarer Koppelfaktoren kaum die Anpassungsverhältnisse.

5.2.3. Abstimmeinheit und HF-Spannungsmessung

Die Abstimmeinheit besteht aus Spule L2 mit vier Windungen und dem veränderbaren Kondensator C25 (Abb. 26). Als geeigneter Kondensator aus DDR-Produktion erwies sich der Luftdrehkondensator Typ 922.007/131:000, der geringe Verluste sowie eine Fein- und Grobabstimmung aufweist. Mit seiner Spannungsfestigkeit von 2000 V (27 MHz) legte er die maximale Arbeitsspannung U_{cs} am Schmelzkondensator fest.



Abb. 27 Anordnung des Luftdrehkondensators C25 sowie des kapazitiven Teilers C24, C29 in der Schmelzkammer

Die Anordnung der Spule L2 erfolgte in der Nähe der Wandung im Innern des Topfkreises. Dadurch sind die vier Windungen von

außen zugänglich und können entsprechend der Anpassungsaufgaben angezapft werden. Zusammen mit der veränderbaren Kapazität des Luftdrehkondensators C25 realisiert die Abstimmeinheit die Anpassung des Schmelzkondensators an den Generator.

Die kontinuierliche Anpassung während des Erwärmungsvorganges wird durch C25 ermöglicht.

Die HF-Spannungsmessung wird, wie Abbildung 26 zeigt, durch die Kondensatoren C24 und C29 sowie durch den Widerstand R5, die Diode VD1 und ein Drehspulmeßwerk realisiert. C24 und C29 dienen als kapazitive Teiler. Sie reduzieren die Spannung U_{cs} am Schmelzkondensator so weit, daß sie im Bereich der Betriebsdaten des Gleichrichters VD1 liegt. Kondensator C24 besitzt eine Kapazität von 3 pF. Er wurde speziell für diese Anwendung hergestellt und besitzt ein verlustarmes Dielektrikum aus Kieselglas. C29 ist ein Durchführungskondensator Typ B1000-30x90 TGL 68-112 KER310 mit einer Kapazität von 1000 pF. Neben seiner eigentlichen Aufgabe als Spannungsteiler führt er die HF-Meßspannung aus der elektrisch abgeschirmten Schmelzkammer heraus. Abbildung 27 zeigt den Aufbau des kapazitiven Spannungsteilers im Inneren der Schmelzkammer.

Die HF-Meßspannung wird durch eine Diode VD1 vom Typ GA 107 gleichgerichtet und als Gleichstrom zur Anzeige gebracht. Die Skale des Meßwerkes wurde entsprechend durchgeführter Vergleichsmessungen mittels Röhrenvoltmeter Typ 187a und kapazitiven Hochspannungsteiler 1:1000 Typ 4025 kalibriert. Der Meßgerätefehler des Röhrenvoltmeters wird mit 5 % angegeben. Der geschätzte Fehler der aufgebauten HF-Spannungsmessung liegt bei 10...15 %.

5.2.4. Schmelzkondensator

Das Elektrodensystem des Schmelzkondensators soll die bereitgestellte Energie dem Arbeitsgut auf möglichst günstige Weise zuführen. Aus den möglichen Varianten der Elektrodenanordnung wurde die Form des Plattenkondensators mit planparallelen Platten ausgewählt. Zwischen den Platten steht unter Ausschluß des Randfeldes ein homogenes elektrisches Feld zur Verfügung, daß eine Voraussetzung für die ganzflächige Erwärmung des

Arbeitsgutes dargestellt. Die Wirkungen, die das Randfeld (Abb. 28) hervorruft, werden dadurch ausgeschaltet, daß die Elektroden des Schutzkondensators größer gewählt werden als die Abmessungen des Arbeitsgutes.

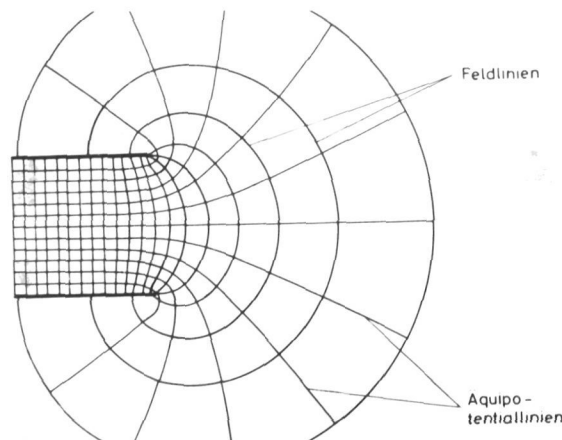


Abb. 28 Feldlinienbild eines Plattenkondensators

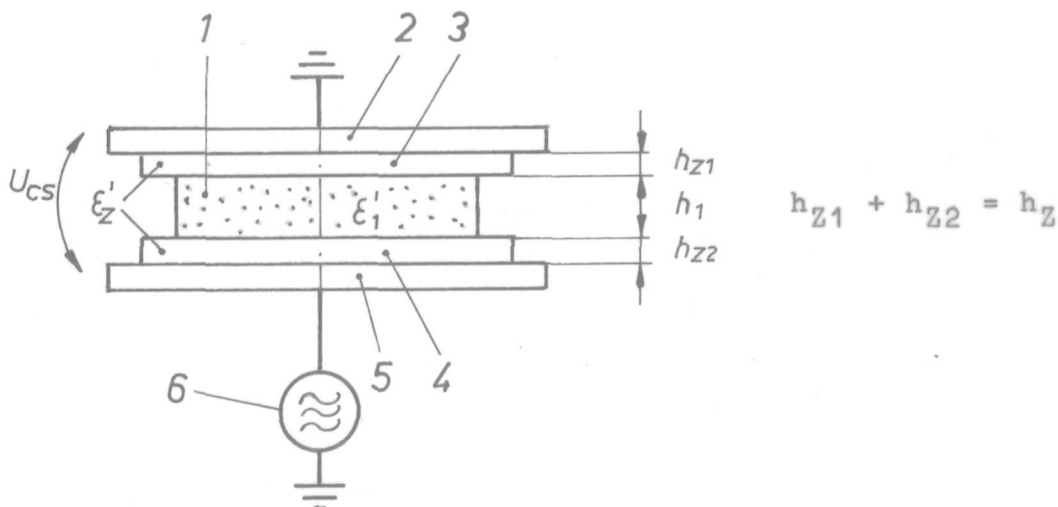
Die einfachste Variante eines Schmelzkondensators (Einschicht-Schmelzkondensator) entsteht, indem man planparallele Flächen eines Arbeitsgutes mit Elektroden versieht. Aus diesem Aufbau ergeben sich jedoch viele Probleme. Beim Auflegen auf das Arbeitsgut bilden sich Luftschichten zwischen Elektroden und Arbeitsgut aus, deren Dicke in der Größenordnung der Oberflächenrauigkeit der Materialien liegt. Bereits bei geringen HF-Spannungen am Schmelzkondensator treten in diesen Luftschichten sehr hohe Feldstärken auf. Dabei kommt es zu Sprühercheinungen, die lokale Überhitzungen mit nachfolgendem Wärmedurchschlag zur Folge haben. Eine weitere Erwärmung des Arbeitsgutes ist somit nicht mehr möglich.

Die direkte Kontaktierung des Arbeitsgutes durch Leitlacke (z.B. Leitsilber) oder Aufdampfen (z.B. Chromnickel) beugt den Sprühercheinungen im Kontaktbereich Elektrode/Arbeitsgut wirksam vor. Diese Anordnung ist im Vergleich zu den weiteren beschriebenen Schmelzkondensatoraufbauten dadurch gekennzeichnet, daß sich mit ihr die höchsten Feldstärken im Arbeitsgut erzielen lassen.

Der Aufbau eines Schmelzkondensators, in dem das Arbeitsgut durch Luftschichten definierter Höhe von den Elektroden getrennt ist (Zweischicht-Schmelzkondensator), bietet im Vergleich zum Einschicht-Schmelzkondensator die Möglichkeit, das Arbeitsgut berührungslos zu erwärmen. Tabelle 4 zeigt, daß

sich dadurch im Arbeitsgut eine geringere Feldstärke einstellt als in der Luftschicht. Dieses Verhalten fordert, die Luftschichtdicke nur so groß wie unbedingt notwendig auszuführen, damit eine Erwärmung des Arbeitsgutes stattfinden kann.

Beim Ersatz der Luftschichten durch feste Zwischenschichten stellt sich im Vergleich zu Luft eine höhere Feldstärke im Arbeitsgut ein (Tab. 4). Mit zunehmender Dielektrizitätszahl der Zwischenschicht ϵ'_Z steigt die Feldstärke im Arbeitsgut, wobei sich die spannungsmäßige Belastung der Zwischenschicht reduziert. Abbildung 29 verdeutlicht den Aufbau des beschriebenen Schmelzkondensators. Durch die Verwendung gleicher Zwischenschichtmaterialien der Dielektrizitätszahl ϵ'_Z läßt sich die Betrachtung auf einen Zweischichtkondensator reduzieren. Gleichung (5.01) dient zur Berechnung der Feldstärke E_1 im Arbeitsgut.



1 - Arbeitsgut
6 - HF-Generator

2,5 - Elektroden
3,4 - Zwischenschichten

Abb. 29 Schmelzkondensator mit Zwischenschichten

$$E_1 = \frac{U_{cs}}{\epsilon'_1(h_Z/\epsilon'_Z + h_1/\epsilon'_1)} \quad (5.01)$$

Durch den Einsatz fester Zwischenschichten (z.B. Schmelztiegel) kann die Problematik der Formstabilität gelöst werden.

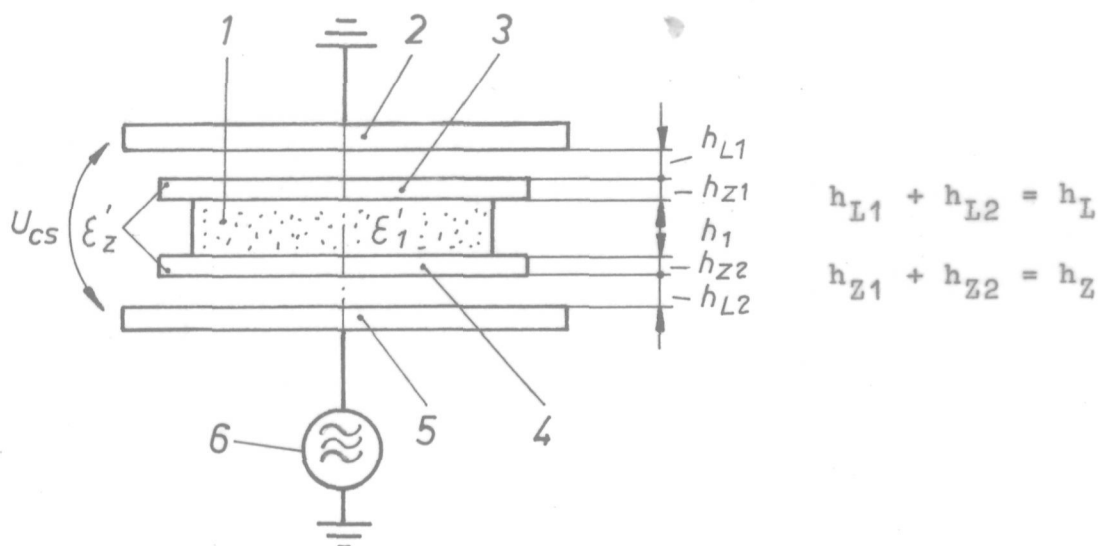
Tab. 4 Feldstärke E_1 im Arbeitsgut und Feldstärke E_Z in der Zwischenschicht in Abhängigkeit von unterschiedlichen Arbeitguthöhen h_1 und Zwischenschichtenmaterialien bei $U_{cs} = 2000 \text{ V}$

h_1 (mm)	h_Z (mm)	ϵ'_Z	E_1 ($\text{V} \cdot \text{mm}^{-1}$)	E_Z ($\text{V} \cdot \text{mm}^{-1}$)
ohne Zwischenschicht, Arbeitsgut kontaktiert				
1,5	—	—	1333,3	—
2,0	—	—	1000,0	—
3,0	—	—	666,7	—
Luftschicht				
1,5	2,0	1,0	210,3	842,1
2,0	2,0	1,0	200,0	800,0
3,0	2,0	1,0	181,8	727,3
Kieselglas				
1,5	5,0	4,0	307,7	307,7
2,0	5,0	4,0	285,7	285,7
3,0	5,0	4,0	250,0	250,0
Al_2O_3 , dicht				
1,5	5,0	9,5	554,7	233,6
2,0	5,0	9,5	478,2	205,1
3,0	5,0	9,5	391,7	164,9
Al_2TiO_5 , MgO-stabilisiert				
1,5	5,0	12,0	631,6	210,5
2,0	5,0	12,0	545,5	205,1
3,0	5,0	12,0	426,6	142,8

Von Nachteil ist jedoch, daß bei möglicher örtlicher Überhitzung des Arbeitsgutes eine örtliche Überhitzung der festen Zwischenschicht folgt. Zur Verhinderung der Zerstörung der festen Zwischenschicht infolge von Durchschlägen erscheint es notwendig, Luftschichten zwischen Elektroden und den Zwischenschichten zuzulassen. Während die festen Zwischenschichten die räumliche Fixierung des Arbeitsgutes (auch bei sich ergebenden Formänderungen) übernehmen, erfolgt durch die Luftschichten die Herabsetzung der wirksamen Feldstärke an den wärmedurchschlaggefährdeten Stellen. Es ergibt sich die Anordnung eines Dreischichtkondensators entsprechend Abbildung 30.

Die wirksame Feldstärke im Arbeitsgut berechnet sich bei kapazitiver Spannungsteilung nach Gleichung (5.02).

$$E_1 = \frac{U_{cs}}{\epsilon'_1 (h_L + h_Z/\epsilon'_Z + h_1/\epsilon'_1)} \quad (5.02)$$



- 1 - Arbeitsgut 2,5 - Elektroden
6 - HF-Generator 3,4 - Zwischenschicht

Abb. 30 Dreischichtkondensator

Tabelle 5 gibt eine Zusammenstellung über Zwischenschichten, deren elektrische Eigenschaften ausgemessen wurden.

Tab. 5 Dielektrizitätszahl, Verlustfaktor und Temperaturverhalten fester Zwischenschichten

27MHz	25°C		450°C		Einsatztemp. (°C)	TWB (K)
	ϵ'_Z	$\tan \delta$	ϵ'_Z	$\tan \delta$		
Al ₂ O ₃ , porös (Schaumkorund)	3	1.10 ⁻³	3	2.10 ⁻³	1800	500
Kieselglas	4	3.10 ⁻⁴	4	1.10 ⁻⁴	1200	600
Si ₃ N ₄	8	6.10 ⁻³	9	0,1	1400	200
Al ₂ O ₃ , dicht	9,5	5.10 ⁻⁴	9,8	9.10 ⁻⁴	1900	130
Al ₂ Ti ₁₀ 5	12	4.10 ⁻³	15	2.10 ⁻²	1500	1000
ZrO ₂	27	5.10 ⁻³	31	0,5	2000	150
TiO ₂ , (N750)*	94	8.10 ⁻³	77	0,1	1500	100

* - bei 1MHz

5.2.5. Temperaturmessung

Die Temperaturmessung im elektrischen Hochfrequenzfeld ist mit vielen Schwierigkeiten verbunden.

Eine Messung mittels Thermoelement ist nach /39/ nur sinnvoll, wenn das Erdpotential im Arbeitsgut selbst vorliegt. Da aber während des Erwärmungsvorganges auch Schmelzprozesse auftreten und somit eine Formänderung des Arbeitsgutes stattfindet, verschiebt sich das Erdpotential. Befindet sich das Thermoelement außerhalb des Erdpotentials, erfolgt eine Verzerrung des elektrischen Feldes. Diese bewirkt eine ungleichmäßige Erwärmung des Arbeitsgutes und einen zusätzlichen hochfrequenten Einfluß auf die Thermospannung. Ein auswertbares Meßsignal steht nicht zur Verfügung.

Die Anwendung pyrometrischer Temperaturmeßmethoden wurde nicht vorbereitet, da beim Einsatz von Gemengetabletten:

- der Meßfleck nicht ausreichend groß und eben ist und
- Temperaturverfälschung infolge Messung der Oberflächentemperatur auftritt.

Aus diesen Gründen wurde auf eine Messung der momentanen Temperatur des Arbeitsgutes verzichtet und nur eine orientierende Messung für Vergleichszwecke vorgenommen.

Die Elektrode, die der Zuführung des Massepotentials dient (Unterelektrode) wurde deshalb als Thermoelement ausgeführt. Als Elektrodenmaterial kam Nickel zum Einsatz. Im Erwärmungsbereich der Elektrode konnte durch einen angeschweißten Chromnickeldraht ein Thermoelement realisiert werden. Durch Vergleichsmessungen (Digitalthermometer DTM 2010) erfolgte die Bestimmung der Temperaturcharakteristik des so entstandenen Ni-CrNi-Thermoelementes. Die gemessenen Thermospannungen sollten näherungsweise Aufschluß über den Prozeß der Erwärmung geben und konnten als Führungsgröße Verwendung finden.

Im Prozeß der Anfangserwärmung ermöglichte die Anwendung von Thermocolorfarben mit Farbumschlägen bei 65 und 145 °C (BASF Nr. 20) sowie mit Farbumschlag bei 340 °C (BASF Nr. 9) eine Abschätzung der Temperatur des Arbeitsgutes. Mit Hilfe der Farbumschläge konnten die zugehörigen Erwärmungszeiten bestimmt werden.

5.3. Anpassung des Arbeitsschwingkreises

5.3.1. Berechnung elektrischer Kennwerte des Anodenschwingkreises

Zur Analyse des Übertragungsverhaltens zwischen Anodenschwingkreis und magnetisch angekoppeltem Arbeitsschwingkreis ist es notwendig, den Anodenschwingkreis näher zu bestimmen.

Spule L1 und Kondensator C30 als Elemente des Anodenschwingkreises bilden, wie aus Abbildung 26 ersichtlich, einen Parallelschwingkreis. Aus den geometrischen Abmessungen des Kondensators (a_C , a_{C1} , b_{C1} , b_{C2} und h_C) und der Spule L1 (b_L , l_L und r_L) entsprechend Anlage 9 lassen sich deren elektrische Werte berechnen.

Für die Kapazität des Kondensators C30 ergibt sich nach Gleichung

$$C_{30} = (\epsilon_0 b_{C1}^2 / a_{C1}) + (4 \epsilon_0 h_C b_{C2} / a_C) \quad (5.03)$$

gleichung (5.03) ein Wert von 829 pF.

Sein kapazitiver Blindwiderstand wird für die Arbeitsfrequenz des Generators von 27,12 MHz entsprechend Gleichung (5.04) zu

$$X_{C30} = 1/\omega C_{30} = 7,08 \Omega \quad (5.04).$$

Die Induktivität einer beliebigen Koaxialanordnung berechnet sich nach [39] durch Gleichung (5.05).

$$L = \mu_0 l / [2\pi \ln(r_a/r_i)] \quad (5.05).$$

r_a - Außendurchmesser
 r_i - Innendurchmesser
 l - Länge

Mit $r_a = b_L/\sqrt{\pi}$ wird die Umrechnung des quadratflächigen Aufbaus von L1 in das kreisförmige Äquivalent vollzogen. Somit ergibt sich für die Induktivität der Spule L1 nach Gleichung (5.06) ein Wert von $4,11 \cdot 10^{-8}$ H.

$$L_1 = \mu_0 l_L / [2\pi \ln(b_L/r_L \sqrt{\pi})] \quad (5.06)$$

Für ihren induktiven Blindwiderstand (bei 27,12 MHz) errechnet sich nach Gleichung (5.07) ein Wert von

$$X_{L1} = \omega L_{L1} = 7 \Omega \quad (5.07).$$

Der induktive Blindwiderstand X_{L1} und der kapazitive Blindwiderstand X_{C30} sind annähernd gleich. Die geringe Abweichung resultiert aus dem Fehlerbereich der Erfassung der geometrischen Größen. Mit $X_{L1} = X_{C30} \approx 7 \Omega$ herrscht bei einer Frequenz von 27,12 MHz Resonanz.

Die Berechnung des Parallelableitwiderstandes R_{pa} des Anodenschwingkreises (Abb. 31) erfolgt über die Ermittlung seiner Güte. Nach /40/ gilt für die erreichbare Leerlaufgüte des als Topfkreis aufgebauten Anodenschwingkreises die Bemessungsformel (5.08).

$$Q_{1L} = 19,7 \sqrt{f/\mu \vartheta_e} \frac{1 \ln r_a/r_L}{1/2r_a + 1/2r_L + \ln r_a/r_L} \quad (5.08)$$

mit f - Frequenz (MHz)

μ - Permeabilität (Luft $\mu = 1$)

ϑ_e - spezifischer elektr. Widerstand des Topfkreismaterials (Aluminium $\vartheta_e = 0,024 \Omega \cdot \text{cm}$)

Für den Anodenschwingkreis ergibt sich damit eine Leerlaufgüte Q_{1L} von ca. 7000. Sie ermöglicht die Berechnung des Parallelableitwiderstandes R_{pa} des unbelasteten Topfkreises über Gleichung (5.10), die aus der allgemeingültigen Gleichung (5.09) abgeleitet ist.

$$Q = \omega RC = R/\omega L \quad (5.09)$$

$$\text{Mit } R_{pa} = \omega Q_{1L} L_1 \quad (5.10)$$

ergibt sich bei der Arbeitsfrequenz 27,12 MHz ein Parallelableitwiderstand von 50 k Ω .

Zur Berechnung der Betriebsgüte Q_{1B} muß zusätzlich der Innenwiderstand R_a der vier parallel geschalteten Leistungstrioden (VR1 - VR4) berücksichtigt werden. Aus den technischen Daten der Trioden vom Typ SRS 362, Steilheit $S = 4,5 \text{ mA} \cdot \text{V}^{-1}$ und

Durchgriff $D = 3,3 \%$, ermittelt sich nach Gleichung (5.11) der Innenwiderstand einer Röhre.

$$R = 1/SD = 6,73 \text{ k}\Omega \quad (5.11)$$

Der resultierende Innenwiderstand aller vier Leistungstrioden beträgt somit $R_a = 1,68 \text{ k}\Omega$. Im Betriebsfall bedämpft er den Topfkreis zusätzlich zu dessen Parallelableitwiderstand R_{pa} . Es ergibt sich damit ein wirksamer Parallelableitwiderstand R_p von $1,62 \text{ k}\Omega$.

Daraus resultiert für den Anodenschwingkreis nach Gleichung (5.09) eine Betriebsgüte Q_{1B} von 230.

5.3.2. Dimensionierung der Abstimmeinheit

Zur optimalen Leistungsübertragung ist es erforderlich, den Lastleitwert des Schmelzkondensators so an den Generator anzupassen, daß dieser unter den gegebenen Betriebsbedingungen die erforderliche Wirkleistung an das Arbeitsgut abgibt. Dieser Betriebszustand wird erreicht, wenn es gelingt, den komplexen Lastleitwert derart zu transformieren, daß der Imaginärteil zu Null wird.

In der aufgebauten Anlage, deren HF-Leistungsteil durch Abbildung 26 wiedergegeben wird, erfolgt diese Anpassung durch eine transformatorische Kopplung (Bandfilterkopplung) zwischen Anodenschwingkreis und Arbeitsschwingkreis. Um den unterschiedlichen dielektrischen Werten der Gemenge Rechnung tragen zu können, wird die Auskopplung der HF-Energie aus dem Anodenschwingkreis (C30, L1) durch die dreifach angezapfte Spule L2 vorgenommen. Zusammen mit Drehkondensator C25 bilden diese veränderbaren Bauelemente des Arbeitsschwingkreises die Abstimmeinheit entsprechend Abb. 24. Der vollständige Arbeitsschwingkreis besteht damit aus Abstimmeinheit und Schmelzkondensator C_s . Die Kondensatoren C24 und C29 stellen einen hochohmigen kapazitiven Teiler für die HF-Spannungsmessung dar, so daß die Belastung für den Arbeitsschwingkreis vernachlässigbar klein ist.

Versuche, die Induktivität von Spule L2 zu berechnen, führten

auf der Grundlage von /39/ zu voneinander abweichenden Ergebnissen. Unter Anwendung des Verlustfaktormeßgerätes Typ 1034 wurden für die Auskoppelspule L2 bei unterschiedlichen Windungszahlen w folgende Werte ermittelt:

$L_2 (w=1) = 0,35 \text{ } \mu\text{H}$	$R_{pL} (w=1) = 52 \text{ k}\Omega$	$Q_L = 875$
$L_2 (w=2) = 0,80 \text{ } \mu\text{H}$	$R_{pL} (w=2) = 113 \text{ k}\Omega$	$Q_L = 830$
$L_2 (w=3) = 1,40 \text{ } \mu\text{H}$	$R_{pL} (w=3) = 195 \text{ k}\Omega$	$Q_L = 820$
$L_2 (w=4) = 2,10 \text{ } \mu\text{H}$	$R_{pL} (w=4) = 245 \text{ k}\Omega$	$Q_L = 690$

Als Kapazität des Luftdrehkondensators C25 läßt sich ein Minimalwert von 10 pF und ein Maximalwert von 60 pF einstellen. In diesem Kapazitätsbereich ist eine kontinuierliche Einstellung mittels Grob- und Feintrieb möglich. C25 besitzt eine Güte von ca. 1000 und eine Spannungsfestigkeit von 2000 V.

Tabelle 6 enthält die aus verschiedenen Windungen der Spule L2 und dem veränderbaren Kapazitätsbereich des Drehkondensators C25 resultierenden Bereiche für den Schmelzkondensator.

Tab. 6 Mögliche Kapazitätsbereiche des Schmelzkondensators

Windungszahl der Spule L2	notwendige Resonanzkap. (pF)	C25 (pF)	Kapazitätsbereich des Schmelzkond. (pF)
1	98,50	10...60	38,50...88,50
2	43,05	10...60	0...33,05
3	24,40	10...60	0...14,40
4	16,30	10...60	0... 6,30

Für die HF-Schmelzanlage wurde der Aufbau L2 mit zwei Windungen gewählt, da er im Kapazitätsbereich der eingesetzten Schmelzkondensatoren von ca. 20 pF die Resonanzeinstellung mit dem größtem Abstimmbereich gewährleistet.

5.3.3. Übertragungsverhalten zwischen Anoden- und Arbeitsschwingkreis

5.3.3.1. Allgemeine Anforderungen

Zur Ermittlung der Arbeitsspannung U_{cs} über dem Schmelzkondensator und der Wirkleistung im Arbeitsgut ist es notwendig, das Übertragungsverhalten zwischen Anoden- und Arbeitsschwingkreis zu charakterisieren.

Die Umsetzung von Wirkleistung im Arbeitsgut bedingt Resonanz zwischen Anoden- und Arbeitsschwingkreis. Mittels Luftdrehkondensator C25 wird die Resonanz bei anliegender HF-Spannung

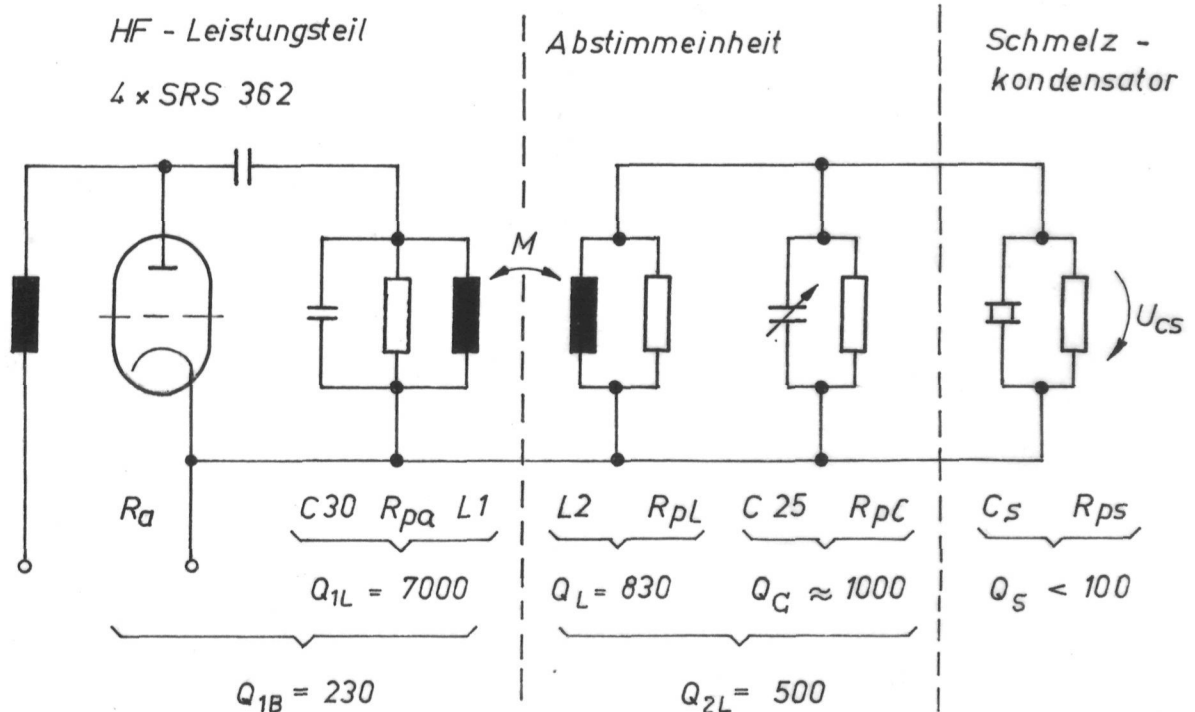


Abb. 31 Ersatzschaltung von Anoden- und Arbeitsschwingkreis eingestellt. Im Verlauf des einsetzenden Erwärmungsprozesses tritt aufgrund der sich ändernden Dielektrizitätszahl des Arbeitsgutes eine zunehmende Abweichung vom Resonanzfall ein (Verstimmung). Diese ist durch Nachstellung des Luftdrehkondensators auszugleichen, wobei sich eine gewisse Differenz ΔC zwischen der notwendigen Resonanzkapazität und der real vorhandenen Einstellung ergibt. Diese Kapazitätsdifferenz ΔC bewirkt eine Wirkleistungseinbuße gegenüber dem exakten Resonanzfall. Die Größe dieser Wirkleistungseinbuße wird bei

konstantem ΔC durch das Übertragungsverhalten zwischen Anoden- und Arbeitsschwingkreis festgelegt.

Aufgrund ihres Aufbaus bilden beide Schwingkreise (Abb. 31) einen magnetisch gekoppelten unsymmetrischen zweikreisigen Bandfilter. Zur Berechnung des Übertragungsverhaltens ist deshalb außer den bereits ermittelten elektrischen Kenngrößen der Einzelschwingkreise die Kenntnis der Kopplung notwendig.

5.3.3.2. Bestimmung der normierten Kopplung

Für die Bandfilterkopplung unterscheidet man drei typische Kopplungsbereiche. Eine flache Durchlaßkurve K_2 (Abb. 32) er-

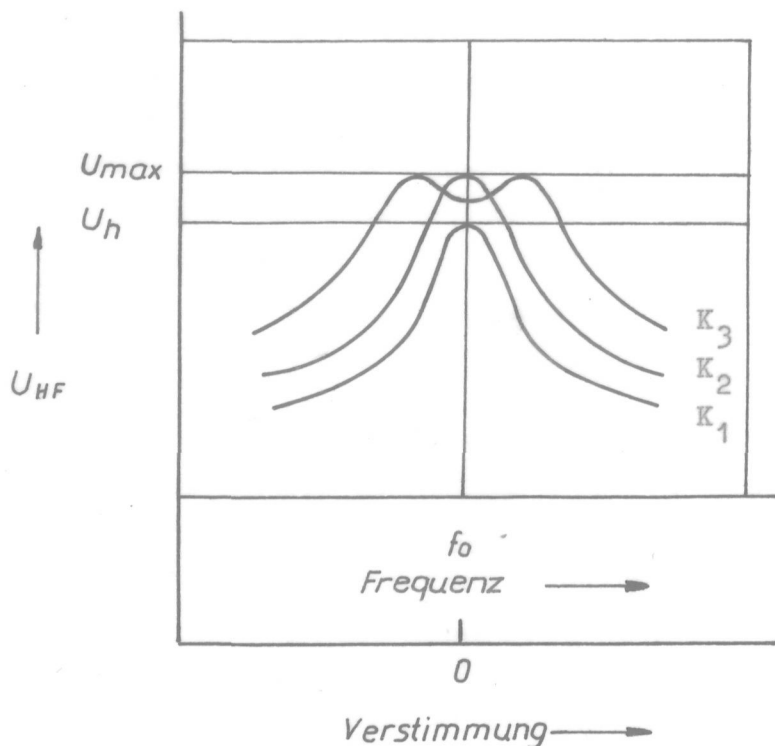


Abb. 32
Resonanzkurven von
zweikreisigen
Bandfiltern

hält man, wenn der Koppelfaktor k dem Wert $1/\sqrt{Q_1 Q_2}$ entspricht (kritische Kopplung). Dieser spezielle Koppelfaktor nennt sich Flachkoppelfaktor k_{flach} . Bildet man entsprechend Gleichung (5.12) den Quotienten zwischen tatsächlichem Koppelfaktor und dem Flachkoppelfaktor, erhält man die normierte Kopplung.

$$K = k/k_{\text{flach}} = k \sqrt{Q_1 \cdot Q_2} \quad (5.12)$$

Für $K > 1$ ergibt sich Überkopplung mit einer doppelhöckerigen

Durchlaßkurve K_3 , und für $K < 1$ entsteht die ebenfalls in Abbildung 32 dargestellte runde Durchlaßkurve K_1 der Unterkopplung. Dabei erreicht die Spannung U_h einen Wert, der unterhalb von U_{\max} liegt./41/

Die Ermittlung des tatsächlichen Koppelfaktors zwischen der Spule L_1 des Anodenschwingkreises und der Spule L_2 des Arbeitsschwingkreises basiert auf Gleichung (5.13).

$$K = k/k_{\text{flach}} = k \sqrt{Q_{1B} \cdot Q_{2L}} \quad (5.13)$$

Der Einbau von Spule L_2 in den Topfkreis wurde so realisiert, daß sich am abgestimmten Arbeitsschwingkreis ohne Schmelzkondensator maximale Arbeitsspannung ergab. Diese Einbaulage ergibt den Spezialfall der kritischen Kopplung. Der Koppelfaktor k_{flach} läßt sich aus Gleichung (5.13) unter Berücksichtigung der in Abbildung 31 aufgeführten Güten und auf der Grundlage $k = k_{\text{flach}}$ berechnen. Damit ergibt sich (5.14).

$$k_{\text{flach}} = 1 / \sqrt{Q_{1B} \cdot Q_{2L}} \quad (5.14)$$

Der Koppelfaktor k_{flach} besitzt einen Wert von 0,00295.

Die Kapazität des Schmelzkondensators C_s wird hauptsächlich durch die geometrischen Abmessungen und die Dielektrizitätszahl des darin befindlichen Arbeitsgutes bestimmt. Durch seinen Wirkwiderstand R_{ps} wird der Arbeitsschwingkreis zusätzlich bedämpft, wodurch seine Betriebsgüte Q_{2B} erheblich unter der Leerlaufgüte $Q_{2L} = 500$ liegt. In Tabelle 7 ist für drei verschiedene Gemengetabletten des 700 °C vorbehandelten Phosphorquellscheibengemenges die Betriebsgüte Q_{2B} des Arbeitsschwing-

Tab. 7 Betriebsgüten Q_{2B} für verschiedene Höhen von PQ-Gemengetabletten

h_1 (mm)	C_s (pF)	C_{25} (pF)	$C_{\text{ges}}=C_s+C_{25}$ (pF)	R_{ps} (k Ω)	R_{pc} (k Ω)	Q_{2B}
-	0	43,05	43,05		172	(500)*
1,5	31,1	11,95	43,05	5,91	470	41
2,0	23,3	19,75	43,05	7,90	310	55
3,0	15,5	27,55	43,05	11,87	200	75

* Leerlaufgüte Q_{2L}

kreises in Abhängigkeit von der Tablettenhöhe angegeben.

Zur Berechnung der normierten Kopplung zwischen Anodenschwingkreis und Arbeitsschwingkreis mit Schmelzkondensator geht in die Gleichung (5.13) die in Tabelle 7 berechnete Betriebsgüte Q_{2B} an Stelle der Leerlaufgüte Q_{2L} ein. Für die in Tabelle 7 aufgeführten PQ-Gemengetabletten ergeben sich in Abhängigkeit von der Höhe folgende normierten Kopplungen:

1,5mm	$K = 0,286$
2,0mm	$K = 0,332$
3,0mm	$K = 0,387.$

Der Schmelzkondensator mit Arbeitsgut bewirkt eine Bedämpfung des Arbeitsschwingkreises, so daß die erreichbare Kopplung unter der kritischen Kopplung liegt.

5.3.3.3. Arbeitsspannung am Schmelzkondensator

Unter Einbeziehung der Kapazität des Schmelzkondensators und der berechneten normierten Kopplung K läßt sich die Arbeitsspannung am Schmelzkondensator U_{cs} in Abhängigkeit von dem eingestellten Kapazitätswert des Luftdrehkondensators C_{25} bzw. der dabei auftretenden Verstimmung berechnen. Grundlage dieser Berechnung bildet Gleichung (5.15), die /42/ entnommen wurde.

$$U_{cs} = \frac{2K U_h}{\sqrt{(1+K^2)^2 - 2N^2(K^2 - 1) + N^4}} \quad (5.15)$$

Die normierte Verstimmung N ergibt sich aus dem Produkt der Verstimmung n und der Schwingkreisgüte, wobei für die Verstimmung n Gleichung (5.16) gilt.

$$n = \omega_0 / \omega_{res} - \omega_{res} / \omega_0 \quad (5.16)$$

mit ω_{res} : Resonanzkreisfrequenz

ω_0 : Kreisfrequenz des verstimmten Kreises

In den Tabellen 8,9 und 10 sind für die oben aufgeführten PQ-Gemengetabletten Arbeitsspannung U_{cs} und elektrische Leistung P in Abhängigkeit von der Verstimmung berechnet. Abbildung 33

Tab. 8 Arbeitsspannung U_{cs} am Einschicht-Schmelzkondensator und erzielbare Leistung in Abhängigkeit von der Kapazität C25 mit 700 °C vorbehandeltem PQ-Gemenge der Höhe $h = 1,5$ mm

Schmelzkondensator: $C_s = 31,10$ pF
 $R_{ps} = 5,91$ k Ω
 $Q_{2B} = 41$; $K = 0,286$

C25 (pF)	C_{ges} (C25+C _s) (pF)	ΔC (C-C _{res}) (pF)	n (%)	U_{cs} (V)	P (W)	P/P _{max} (%)
10,00	41,10	-1,95	4,70	400	25	3,9
10,95	42,05	-1,00	2,35	1031	167	26,6
11,20	42,30	-0,75	1,76	1322	275	43,7
11,45	42,55	-0,50	1,17	1641	423	67,3
11,70	42,80	-0,25	0,58	1899	567	90,2
11,95	43,05	± 0	0	2000	629	100
12,20	43,30	0,25	-0,58	1900	568	90,3
12,45	43,55	0,50	-1,15	1647	426	67,8
12,70	43,80	0,75	-1,73	1339	282	44,8
12,95	44,05	1,00	-2,29	1058	176	27,9
13,95	45,05	2,00	-4,54	426	29	4,5
14,95	46,05	3,00	-6,74	215	7	1,2
15,95	47,05	4,00	-8,89	129	3	.
16,95	48,05	5,00	-11,00	86	1	.
60,00	90,60	47,55	-76,10	.	.	.

stellt die Abhängigkeit der Arbeitsspannung von der der Verstimmung entsprechenden Kapazitätsabweichung ΔC für die PQ-Gemengetabletten dar.

Abbildung 33 zeigt, daß bereits bei einer Kapazitätsabweichung von C25 um 0,7...1,0 pF ($n \approx 2$ %) nur noch ca. 50 % der Arbeitsspannung am Schmelzkondensator anliegen. Mit zunehmender Güte des Arbeitsschwingkreises stellt sich dabei eine ausgeprägtere Spannungsabhängigkeit ein.

Auf Grund des quadratischen Zusammenhanges zwischen Arbeitsspannung und Wirkleistung ergibt sich eine sehr starke Abhängigkeit der Leistung von der Verstimmung. Für den Fall, daß die Arbeitsspannung am Schmelzkondensator auf 50 % abgesunken ist, beträgt der Wirkleistungsumsatz in Abhängigkeit von der Betriebsgüte Q_{2B} nur noch 20...30 %. Die dabei auftretende

Tab. 9 Arbeitsspannung U_{cs} am Einschicht-Schmelzkondensator und erzielbare Leistung in Abhängigkeit von der Kapazität C25 mit 700 °C vorbehandeltem PQ-Gemenge der Höhe $h = 2,0$ mm

Schmelzkondensator: $C_s = 23,30$ pF
 $R_{ps} = 7,90$ k Ω
 $Q_{2B} = 55$; $K = 0,332$

C25 (pF)	C_{ges} (C25+C _s) (pF)	ΔC (C-C _{res}) (pF)	n (%)	U_{cs} (V)	P (W)	P/P _{max} (%)
10,00	33,30	-9,75	29,50	9	.	.
14,75	38,05	-5,00	12,20	48	.	.
15,75	39,05	-4,00	9,76	74	.	.
16,75	40,05	-3,00	7,23	132	2	0,5
17,75	41,05	-2,00	4,76	285	10	2,0
18,75	42,05	-1,00	2,35	839	83	17,6
19,00	42,30	-0,75	1,76	1142	154	32,6
19,25	42,55	-0,50	1,17	1516	271	57,5
19,50	42,80	-0,25	0,58	1860	408	86,5
19,75	43,05	± 0	0	2000	472	100
20,00	43,30	0,25	-0,58	1860	408	86,5
20,25	43,55	0,50	-1,15	1530	276	58,5
20,50	43,80	0,75	-1,73	1159	158	33,6
20,75	44,05	1,00	-2,29	865	88	18,6
21,75	45,05	2,00	-4,54	310	11	2,4
22,75	46,05	3,00	-6,74	151	3	.
23,75	47,05	4,00	-8,89	88	1	.
24,75	48,05	5,00	-11,00	59	.	.
60,00	83,30	40,25	-66,70	2	.	.

Verstimmung beträgt lediglich 1,5...2,3 %. Daraus ergibt sich die Forderung nach möglichst exakter Resonanzeinstellung durch C25, bei der ein Wirkleistungsumsatz von 90 % erreicht werden sollte. Im Verlauf des Erwärmungsprozesses verändert sich die Dielektrizitätszahl ϵ'_i des Arbeitsgutes und somit die Kapazität des Schmelzkondensators. Dadurch ist eine laufende Nachstimmung durch C25 erforderlich. Mit zunehmender Erwärmung vergrößert sich aber die elektrische Leitfähigkeit der Gemengetablette und zieht eine Verringerung der Güte des Arbeitsschwingkreises Q_{2B} nach sich. Diese gestattet eine Vergrößerung der zulässigen Differenz ΔC an C25. Die höchsten Anforder-

Tab. 10 Arbeitsspannung U_{cs} am Einschicht-Schmelzkondensator und erzielbare Leistung in Abhängigkeit von der Kapazität C25 mit 700 °C vorbehandeltem PQ-Gemenge der Höhe $h = 3,0$ mm

Schmelzkondensator: $C_s = 15,50$ pF
 $R_{ps} = 11,87$ k Ω
 $Q_{2B} = 75$; $K = 0,387$

C25 (pF)	C_{ges} (C25+C _s) (pF)	ΔC (C-C _{res}) (pF)	n (%)	U_{cs} (V)	P (W)	P/P _{max} (%)
10,00	25,50	-17,55	61,40	1	.	.
22,55	38,05	-5,00	12,30	24	.	.
23,55	39,05	-4,00	9,76	37	.	.
24,55	40,05	-3,00	7,23	68	.	.
25,55	41,05	-2,00	4,76	152	2	0,6
26,55	42,05	-1,00	2,35	521	21	6,8
26,80	42,30	-0,75	1,76	792	49	15,7
27,05	42,55	-0,50	1,17	1227	118	37,6
27,30	42,80	-0,25	0,58	1750	241	76,5
27,55	43,05	± 0	0	2000	314	100
27,80	43,30	0,25	-0,58	1752	241	76,7
28,05	43,55	0,50	-1,15	1239	121	38,3
28,30	43,80	0,75	-1,73	810	52	16,4
28,55	44,05	1,00	-2,29	543	23	7,4
29,55	45,05	2,00	-4,54	165	2	0,7
30,55	46,05	3,00	-6,74	78	.	.
31,55	47,05	4,00	-8,89	45	.	.
32,55	48,05	5,00	-11,00	30	.	.
60,00	75,50	32,45	-53,90	1	.	.

rungen an die notwendige Resonanzeinstellung ergeben sich damit in der Phase der Anfangserwärmung. Mit Hilfe des Feintriebes am Luftdrehkondensator C25 (Typ 922.007/131:000) läßt sich eine Einstellgenauigkeit von 0,15 pF erreichen. Damit sind für Betriebsgüten des Arbeitsschwingkreises von ca. 70 Voraussetzungen gegeben, im Schmelzkondensator mit einem Parallelableitwiderstand $R_{ps} \approx 10$ k Ω einen Wirkleistungsumsatz von ca. 90 % zu erreichen. Viel höhere Werte von R_{ps} gestatten zwar, ebenfalls 2000 V am Schmelzkondensator einzustellen, aber das Verhältnis von Blind- zu Wirkleistung vergrößert

sich. Dadurch erfahren alle Schwingkreiselemente eine hohe Belastung, die u.a. zu einer starken Erwärmung von Kontaktstellen führt. Für einen Parallelableitwiderstand von z.B. $50 \text{ k}\Omega$ könnten außerdem im Schmelzkondensator nur noch 80 W umgesetzt werden.

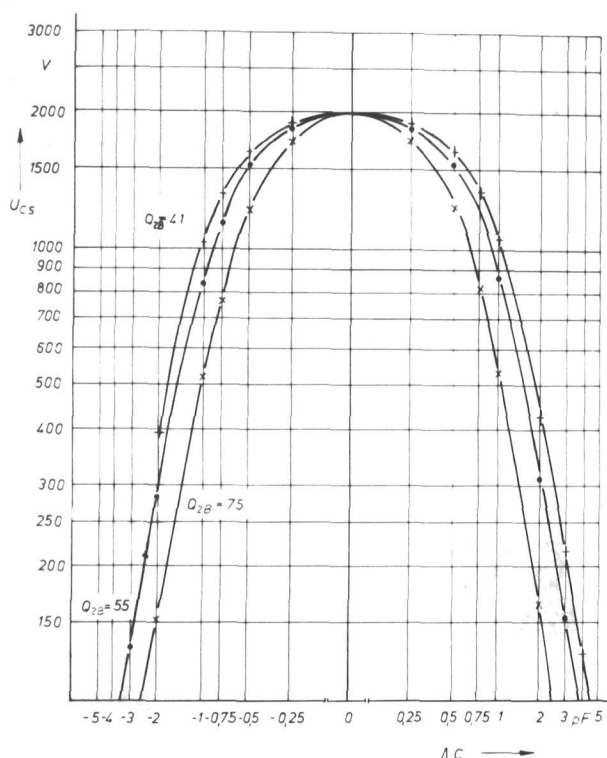


Abb. 33 Verlauf der Arbeitsspannung U_{cs} am Schmelzkondensator in Abhängigkeit der Kapazitätsabweichung von C25 bei unterschiedlichen Güten (Resonanz: $\Delta C = 0 \text{ pF}$)

Die Kapazität des Schmelzkondensators sollte so gewählt werden, daß ein möglichst symmetrischer Abstimmbereich für C25 auftritt. Aus dieser Forderung ergibt sich für den zu realisierenden Schmelzkondensator ein Kapazitätsbereich von 5 bis 20 pF . Bei Schmelzkondensators mit Luft- und/ oder festen Schichten ist dabei zu berücksichtigen, daß über dem Arbeitsgut nur ein Teil der Feldstärke entspr. (5.01) und (5.02) zur Verfügung steht.

Die aufgebaute Hochfrequenz-Schmelzanlage gestattet die dielektrische Erwärmung, wenn der Schmelzkondensator die oben berechneten Werte aufweist. Diese werden vom seinem geometrischen Aufbau und von der elektrischen Leitfähigkeit der Arbeitsgüter sowie der Zwischenschichten bestimmt.

6. Verfahrensspezifische Voraussetzungen zur kapazitiven HF-Erwärmung

6.1. Anforderungen an die elektrischen Eigenschaften des Arbeitsgutes

6.1.1. Aufstellung eines Berechnungsmodells

Die dielektrische Erwärmung von nichtmetallischen Werkstoffen erfordert die Umsetzung einer Mindestleistung im Arbeitsgut. Der spezifische Leistungsumsatz hängt dabei von der Feldstärke im Arbeitsgut und seiner elektrischen Leitfähigkeit ab. Ziel der nachfolgenden Betrachtungen ist die Berechnung der zur dielektrischen Erwärmung notwendigen minimalen Leitfähigkeit α_f . Auf ihrer Grundlage kann unter Berücksichtigung anlagenbedingter Größen eine Einteilung in dielektrisch erwärmbare und dielektrisch nicht erwärmbare Stoffe erfolgen.

Ausgangspunkt für das zu betrachtende Berechnungsmodell ist der Einschicht-Schmelzkondensator. Abbildung 34 zeigt seinen Aufbau und die Bezeichnung der geometrischen Größen sowie der eingeführten Temperaturen.

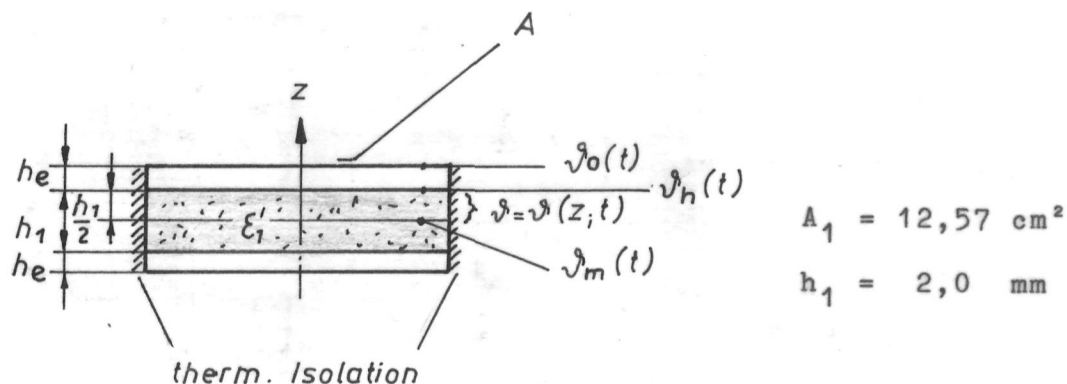


Abb. 34 Einschicht-Schmelzkondensator

Bekannt sind die Dichte des Gemenges ρ_1 und die spezifische Wärme des Gemenges c_1 sowie Eigenschaften des Elektrodenmaterials.

Umgebungstemperatur ϑ_u , Gemengetemperaturen $\vartheta_m(t)$, ϑ , $\vartheta_h(t)$ und Oberflächentemperatur $\vartheta_o(t)$ betragen zu Beginn des Erwärmungsvorganges alle 25 °C (Raumtemperatur).

Unter der Annahme, daß das Gemenge homogen ist und einen gleichmäßigen Leistungsumsatz erfährt, soll die notwendige elektrische Leistung P in Abhängigkeit von Erwärmungstempere-

tur und Erwärmungszeit t für die in Abbildung 34 gezeigte horizontale Elektrodenanordnung berechnet werden. Da sich infolge Wärmeableitung in die Elektrode die niedrigste Gemengetemperatur für $\vartheta_h(t)$ einstellt, wird gezielt nach dieser Temperatur gesucht.

Der symmetrische Aufbau des Schmelzkondensators (Abb. 35) gestattet eine Teilung in der Höhe $h_e + h_1/2$ und somit eine vorerst getrennte Betrachtung der entstehenden Hälften. Die entstehende Teilungsebene liegt in der Zone der höchsten Temperatur – der Mittentemperatur $\vartheta_m(t)$. Nimmt man eine vollständige Wärmeisolation der Mantelfläche an, entsteht nur ein eindimensionaler Temperaturgradient in z -Richtung.

Zur Berechnung der Gemengetemperatur muß die dielektrisch umsetzbare Leistung P im Arbeitsgut gleich der Summe aus Erwärmungsleistung P_c und Wärmeverlustleistung P_v gesetzt werden. Aus dieser Wärmebilanz ergibt sich Gleichung (6.01).

$$P = P_c + P_v \quad (6.01)$$

Die Temperaturabhängigkeit der elektrischen Leitfähigkeit κ_f der untersuchten Gemenge bei 27 MHz (Kap. 4.3.4.2.) zeigt erst oberhalb 250...350 °C einen merklichen Anstieg. Lediglich die vorbehandelten BVK- und SMO-Gemenge bilden eine Ausnahme.

Aus dieser Spezifik der Temperaturabhängigkeit der elektrischen Leitfähigkeit bietet sich eine Einteilung in Anfangs- und fortschreitende Erwärmung an. Für die elektrische Leistung P gilt damit Gleichung (6.02).

$$P = P_{350} + \Delta P = 0,5V_1 E^2 \left[\kappa_f + (TK_\kappa \cdot \kappa_f \cdot \Delta T) \right] \quad (6.02)$$

6.1.2. Berechnungen im Bereich der Anfangserwärmung

Da oberhalb von 350 °C für alle untersuchten Gemenge ein merklicher Anstieg der elektrischen Leitfähigkeit einsetzt, wird der Bereich der Anfangserwärmung durch Temperaturen zwischen 25 °C und 350 °C festgelegt. In diesem Bereich kann bei guter Näherung mit einer konstanten elektrischen Leitfähigkeit gerechnet werden. Damit ergibt sich für Gleichung (6.02) mit

$\Delta P = 0$ ein konstanter Wert für die Leistung.

Für die Wärmebilanz (6.01) der Anfangserwärmung gilt unter Berücksichtigung der konkreten Gegebenheiten am Schmelzkondensator Gleichung (6.03).

$$P_{350} - \vartheta_1 A_1 c_1 \int_{z=0}^{0,5h_1} \frac{\partial \vartheta(z,t)}{\partial t} dz = \alpha A_1 [\vartheta_o(t) - \vartheta_u] \quad (6.03)$$

Unter Ausnutzung der mathematischen Zusammenhänge für die Wärmeleitung im Arbeitsgut, für den Wärmeübergang zwischen Arbeitsgut und Elektrode und für den Wärmeübergang zwischen Elektrode und Umgebung ergibt sich eine lineare inhomogene Differentialgleichung (6.04).

$$P_{350} - \frac{\vartheta_1 c_1 h_1^2}{8\lambda_1 R_{we/a}} \dot{\vartheta}_h(t) = \alpha A_1 [\vartheta_h(t)(1 - R_{we}/R_{we/a}) - \vartheta_u] \quad (6.04)$$

Durch Einführung von Koeffizienten (entspr. Tab. 11) und der Temperatur in (K) erhält man aus (6.04) den Ausdruck (6.05).

$$P_{350} - b \dot{T}_h(t) = a [r T_h(t) - T_u] \quad (6.05)$$

Für die Differentialgleichung (6.05) findet man mit $\tau = b/(ar)$ die Lösung durch Gleichung (6.06).

$$T_h(t) = \left[T_u - \frac{a T_u + P_{350}}{ar} \right] e^{-t/\tau} + \frac{a T_u + P_{350}}{ar} \quad (6.06)$$

Der Term $(a T_u + P_{350})/(ar)$ gibt dabei die theoretisch erreichbare Maximaltemperatur T_{hmax} im Arbeitsgut an.

Zur Ermittlung der Leistungs- und Temperaturabhängigkeit des Erwärmungsvorganges müssen die eingeführten Koeffizienten a , b und r bestimmt werden. Ihre Berechnung erfolgt auf der Grundlage der in Tabelle 11 angegebenen Stoffwerte.

Tab. 11 Berechnete Differentialgleichungskoeffizienten

$r = 1 - R_{we}/R_{we/a} = 0,8$ <p> R_{we} - Wärmewiderstand der Elektrode $R_{we/a}$ - Wärmeübergangswiderstand Elektrode/Arbeitsgut </p>	
$R_{we/a} = P_t \lambda_1 A_1 t_p = 0,0796 \text{ K} \cdot \text{W}^{-1}$	/47/
$\lambda_1 = 0,5 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \text{K}^{-1}$ (Wärmeleitf. Arbeitsgut) - Glas: 0,46 - Keramik: 0,72	/48/
$t_p = 0,6$ (Traganteil) $P_t = 30/\mu\text{m}$ (Profiltiefe Elektrode)	
$R_{we} = h_e / (\lambda_2 A_1) = 0,016 \text{ K} \cdot \text{W}^{-1}$	
$\lambda_2 = 50 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \text{K}^{-1}$ (Wärmeleitf. Elektrode) - Nickel: 57,1 - Tantal: 54,4 - Stahlblech: 45,0 - X10CrAl7: 25,1	/49/
	/50/
$b = (\rho_1 c_1 h_1^2) / (8 \lambda_1 R_{we/a}) = 25,13 \text{ W} \cdot \text{s} \cdot \text{K}^{-1}$ <p> $\rho_1 = 2 \cdot 10^6 \text{ g} \cdot \text{m}^{-3}$ (Gemengedichte) $c_1 = 1000 \text{ W} \cdot \text{s} \cdot \text{K}^{-1} \text{kg}^{-1}$ (spez. Wärme) - PQ: 1168 - TCP: 1102 - BQ: 979 - BVK: 815 - SM0: 814 </p>	
	/29, S.27/
$a = \alpha A_1 = (\alpha_k + \alpha_s) A_1 = 0,041 \text{ W} \cdot \text{K}^{-1} \quad (\text{für } 350^\circ \text{C})$ <p> α_k - Wärmeübergangskoeff. durch Konvektion α_s - Wärmeübergangskoeff. durch Strahlung </p>	
$\alpha_k = 2,5^4 T_h - T_u = 10,6 \text{ W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$	/48/
$T_u = \vartheta_u + 273 \text{ K}, T_h = \vartheta_h + 273 \text{ K}$	
$\alpha_s = C_S (T_h/100)^4 - (T_u/100)^4 / (T_h - T_u) = 22,0 \text{ W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$	
$C_S = 5,0 \text{ W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-4}$	/48/

Auf der Grundlage der Lösung der Differentialgleichung (6.06) und durch Einsetzen der berechneten Koeffizienten ist in Tabelle 12 die Endtemperatur der Erwärmung $\vartheta_{hmax} = \vartheta_h(4\tau)$ für $P_{350} = 1 \dots 8,2$ W berechnet, da sich der stationäre Zustand erst nach unendlich langer Zeit einstellen würde. Dabei zeigt sich, daß mit einer elektrischen Leistung von $P = 8,2$ W 348°C (350°C) erreicht werden können. Bei Erhöhung der Leistung ist ein Anwachsen der Endtemperatur bei gleichzeitiger Verkürzung der Erwärmungszeit t_{350} zu verzeichnen. Für weitere ausgewählte Leistungen sind in Tabelle 12 die Erwärmungszeiten t_{350} für die Gemeinsetemperatur $\vartheta_h = 350^\circ\text{C}$ angegeben.

Tab. 12 Erwärmungsendtemperaturen ϑ_{hmax} , Gemeinsetemperaturen ϑ_h und Erwärmungszeiten in Abhängigkeit von der elektrischen Leistung P_{350} bzw. vom Leistungsumsatz p

P_{350} (W)	p (W · cm ⁻³)	$\vartheta_{hmax}, \vartheta_h$ (°C)	t, t_{350} (s)
1,0	0,8	176	7700
4,4	3,5	297	4500
8,2	6,5	348	3060
25,14	20	350	376
50,58	40	350	172
75,42	60	350	113
100,56	80	350	84
194,83	155	350	43
251,40	200	350	33

Basierend auf Gleichung (3.24) läßt sich im Feldstärkebereich $50 \dots 1000$ V · mm⁻¹ die notwendige elektrische Leifähigkeit α_f zur Realisierung der in Tabelle 12 angegebenen Leistungen berechnen. Abbildung 35 veranschaulicht dieses Ergebnis.

Soll ein Gemenge bzgl. seiner dielektrischen Erwärmbarkeit charakterisiert werden, kann basierend auf seiner Leitfähigkeit bei Raumtemperatur eine Aussage zum angestrebten Erwärmungsprozeß abgeleitet werden. Ein Vergleich zwischen der notwendigen und der bei Arbeitsfrequenz vorhandenen (ermittelten) elektrischen Leitfähigkeit gestattet eine Vorabschätzung der dielektrische Erwärmbarkeit des Arbeitsgutes.

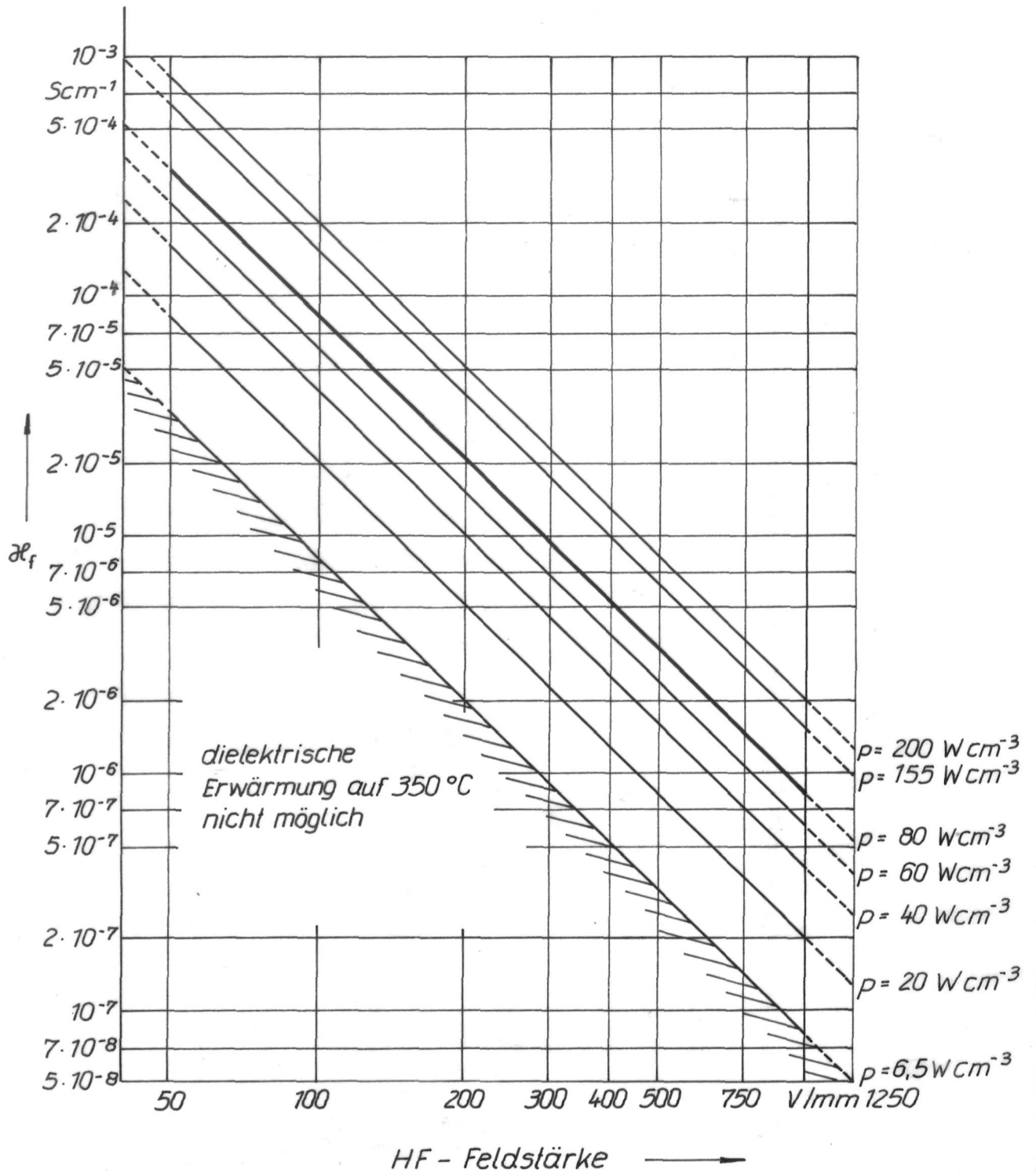


Abb. 35 Berechnete Leitfähigkeitsbereiche zur Abschätzung der Erwärmbarkeit von Raumtemperatur auf 350 °C (κ_f - elektrische Leitfähigkeit bei Raumtemperatur)

6.1.3. Abschätzung des weiteren Erwärmungsverlaufes

Die elektrische Leitfähigkeit α_f der Gemenge zeigt oberhalb 350 °C eine stetige Zunahme. Nimmt man oberhalb davon zwischen Temperatur- und Leitfähigkeitszunahme einen linearen Zusammenhang an, gilt für die umgesetzte Leistung (6.02).

Unter Einbeziehung einer unteren Grenztemperatur von 350 °C (623 K) ergibt sich Gleichung (6.07) für die elektrische Leistung.

$$\begin{aligned} P &= 0,5V_1E^2 \left[\alpha_f + TK_\alpha \cdot \alpha_f \{T_h(t^*) - 623\} \right] \\ P &= 0,5V_1E^2 \left[\alpha_f - 623\alpha_fTK_\alpha + T_h(t^*)\alpha_fTK_\alpha \right] \\ P &= P_{350} - 623D + DT_h(t^*) \end{aligned} \quad (6.07)$$

Durch Einsetzen der temperaturabhängigen Leistung P (6.07) in (6.05) erhält man Gleichung (6.08).

$$\dot{T}_h(t^*) = \frac{1}{b} \left[(D - ar)T_h(t^*) + (P_{350} - 623D + aT_u) \right] \quad (6.08)$$

Die Lösung der Differentialgleichung (6.08) ist durch (6.09) gegeben.

$$T_h(t^*) = \left[623 + \frac{P_{350} - 623D + aT_u}{D - ar} \right] e^{\frac{D-ar}{b}t^*} - \frac{P_{350} - 623D + aT_u}{D - ar} \quad (6.09)$$

Für diese Lösung lassen sich drei Fälle unterscheiden.

1. Exponent negativ infolge $(D - ar)/b < 0$:

Es stellt sich nach unendlich langer Erwärmungszeit t^* eine Endtemperatur ein. Dieser Fall ist vergleichbar mit dem Erwärmungsverlauf der Anfangserwärmung (degressiver Verlauf).

2. Exponent positiv infolge $(D - ar)/b > 0$:

Für $t^* \rightarrow \infty$ strebt $T_h(t^*)$ unendlich hohen Temperaturen zu. Die Aufheizgeschwindigkeit besitzt progressiven Charakter.

2. Exponent Null infolge $D = ar$:

Der Grenzübergang: $\lim_{D-ar \rightarrow 0} T_h(t^*) = \left[(P_{350} - 623D + aT_u)/b \right] t^*$

zeigt einen linearen Zusammenhang zwischen Erwärmungszeit t^* und Temperatur T_h im Arbeitsgut. Es tritt eine konstante Aufheizgeschwindigkeit auf.

In Abbildung 36 ist der qualitative Zusammenhang zwischen Erwärmungszeit und Temperatur der Gemengetablette dargestellt.

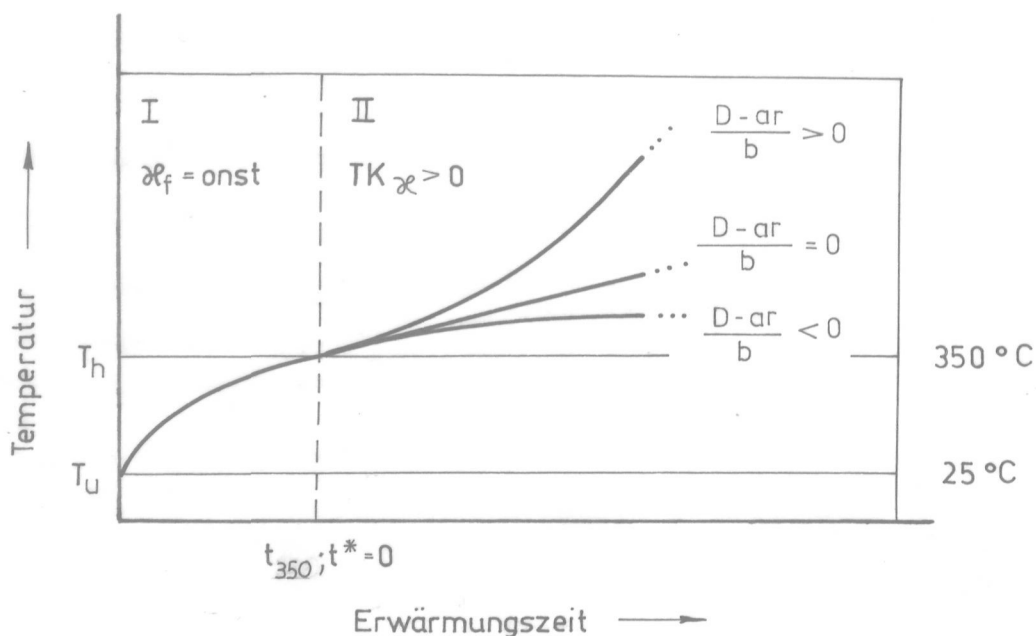


Abb. 36 Qualitative Erwärmungsverläufe im Bereich der Anfangserwärmung I und der fortschreitenden Erwärmung II

Die Zeit t_{350} fungiert dabei als Grenze zwischen dem Modell der Anfangserwärmung und dem Modell der fortschreitenden Erwärmung, d.h. t_{350} (Anfangserwärmung) $\hat{=}$ $t^* = 0$ (fortschreitenden Erwärmung). An der Stelle dieses Überganges besitzt die Temperaturkurve des Modells der fortschreitenden Erwärmung den gleichen Anstieg wie die Temperaturkurve des Modells der Anfangserwärmung. Wie oben gezeigt sind in Abhängigkeit des Exponenten degressive, progressive oder lineare Erwärmungsverläufe (s. Fälle 1...3) möglich.

6.2. Arbeitsgut im Schmelzkondensator

6.2.1. Berechnungsgrundlage

Die Berechnung der Anschlußkapazität C_s und des Wirkwiderstandes R_{ps} dient dazu, den körperlichen Aufbau des Schmelzkondensators entsprechend den erforderlichen Anschlußwerten der HF-Schmelzanlage vorzunehmen. Dabei wurden für die nachfolgend berechneten Schmelzkondensatoren elektrische Leitfähigkeiten α_f zugrunde gelegt, die es gestatten die nach Kapitel 5.3.3.3. geforderten Anschlußwerte von $C_s = 5 \dots 20 \text{ pF}$ und $R_{ps} \approx 10 \text{ k}\Omega$ zu erreichen. Abbildung 37 vermittelt einen Überblick über die vorgenommenen Transformationen und über die Bezeichnung der Elemente im Dreischicht-Schmelzkondensator. Für die ebenfalls berechneten Zweischicht-Schmelzkondensatoren mit fester Zwischenschicht gilt die Transformation entsprechend Abbildung 37a mit $C_L = \infty$ in 37c.

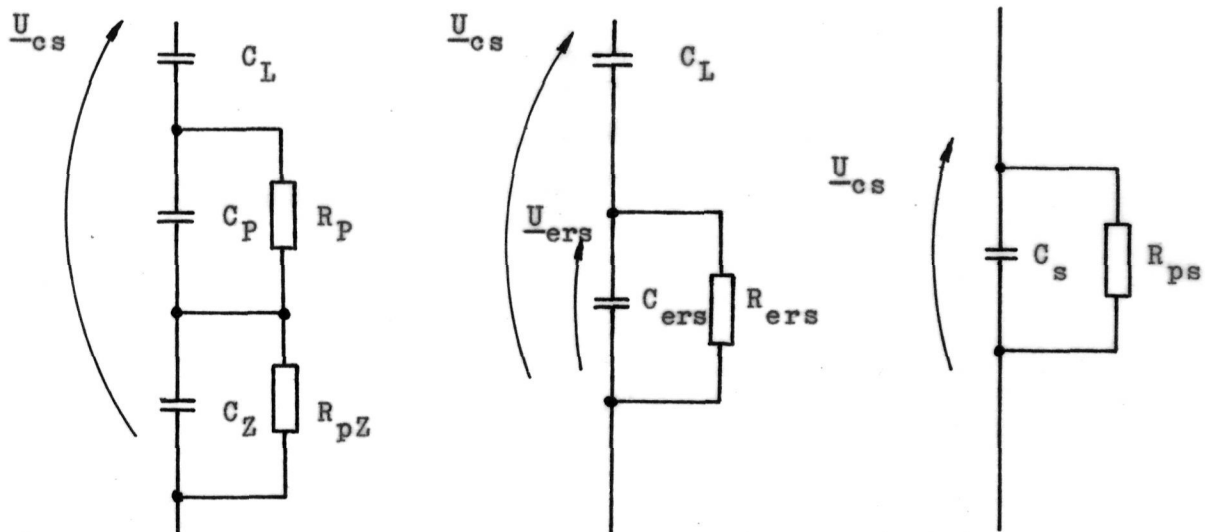


Abb. 37 Transformation des Dreischicht-Schmelzkondensators 37a über den "Ersatz"-Zweischichtkondensator 37b in den Schmelzkondensator 37c

6.2.2 Zweischicht-Schmelzkondensatoren

Mit Zweischicht-Schmelzkondensatoren, deren Zwischenschicht aus Luft besteht, wurde der Versuch 06 in Tabelle 15 ausgeführt. Da jedoch die angestrebten Temperaturen mit diesem Schmelzkondensatoraufbau nicht erzielbar sind, erfolgen dazu keine Berechnungen.

Für Schmelzkondensatoren mit festen Zwischenschichten gestattet die Gleichung (6.10) deren Kapazitätsberechnung. Auf der Grundlage von Gleichung (6.11) kann der resultierende Verlustfaktor $\tan \delta_s$ ermittelt werden.

$$C_s = \frac{C_P/R_Z^2 + C_Z/R_P^2 + \omega^2 C_P C_Z (C_P + C_Z)}{(1/R_P + 1/R_Z)^2 + \omega^2 (C_P + C_Z)^2} \quad (6.10)$$

$$\tan \delta_s = \frac{C_P \tan \delta_Z (1 + \tan^2 \delta) + C_Z \tan \delta (1 + \tan^2 \delta_Z)}{C_P (1 + \tan^2 \delta) + C_Z (1 + \tan^2 \delta_Z)} \quad (6.11)$$

In Tabelle 13 sind für die Zwischenschichtmaterialien Kieselglas, Al_2O_3 -dicht und Al_2TiO_5 die vergleichsweise notwendigen Leitfähigkeiten der Arbeitsgüter berechnet, die die geforderten Anschlußwerte des Schmelzkondensators erfüllen.

Tab. 13 Kapazität und Wirkwiderstand des Schmelzkondensators mit verschiedenen Zwischenschichten; $h_Z = 5,0 \text{ mm}$

Zw.-schicht		Arbeitsgut $\varepsilon'_1 = 4,0$				Schmelzkondensator		
C_Z	R_Z	h_1	C_P	α_f	R_P	C_s	$\tan \delta_s$	R_{ps}
(pF)	(k Ω)	(mm)	(pF)	(S·cm ⁻¹)	(Ω)	(pF)		(k Ω)
Kieselglas: $\varepsilon'_Z = 4,0$; $\tan \delta_Z = 3 \cdot 10^{-4}$								
8,9	2198	0,15	29,68	$2 \cdot 10^{-5}$	596,7	6,97	0,071	11,91
8,9	2198	0,30	14,84	$2 \cdot 10^{-5}$	1193,3	5,70	0,095	10,85
Al_2O_3 -dicht: $\varepsilon'_Z = 9,5$; $\tan \delta_Z = 5 \cdot 10^{-4}$								
21,15	555	0,15	29,68	$7 \cdot 10^{-6}$	1737,8	12,33	0,049	9,81
21,15	555	0,30	14,84	$7 \cdot 10^{-6}$	3417,1	8,71	0,068	9,90
Al_2TiO_5 : $\varepsilon'_Z = 12,0$; $\tan \delta_Z = 4 \cdot 10^{-3}$								
26,71	55	0,15	29,68	$2 \cdot 10^{-5}$	596,7	14,43	0,151	2,70
26,71	55	0,30	14,84	$2 \cdot 10^{-5}$	1193,3	9,78	0,207	2,91
26,71	55	0,15	29,68	$5 \cdot 10^{-6}$	2386,6	14,07	0,042	9,89
26,71	55	0,30	14,84	$5 \cdot 10^{-6}$	4773,3	9,56	0,055	11,19
26,71	55	0,15	29,68	$3 \cdot 10^{-6}$	3977,7	14,07	0,026	16,29
26,71	55	0,30	14,84	$3 \cdot 10^{-6}$	7955,4	9,54	0,033	18,45

Aus Tabelle 13 ist am Beispiel der Al_2TiO_5 -Zwischenschicht ersichtlich, daß mit zunehmender Gemengeleitfähigkeit der Wirkwiderstand R_{ps} des Schmelzkondensators abnimmt. Durch die Auswahl eines Gemenges mit entsprechender Leitfähigkeit α_f , einer

geeigneten Höhe h_1 und unter Berücksichtigung des Zwischenschichtmaterials können die geforderten Anschlußwerte für den Schmelzkondensator realisiert werden. Dabei ist die praktisch auftretende Anschlußkapazität für den Schmelzkondensator unkritisch, da die Reihenschaltung zweier Dielektrika zu einer Verringerung der Gesamtkapazität führt.

6.2.3. Dreischicht-Schmelzkondensator

Im Dreischicht-Schmelzkondensator übernimmt die feste Zwischenschicht die örtliche Fixierung des Arbeitsgutes während des gesamten Erwärmungsvorganges. Zwischen ihr und den Elektroden des Schmelzkondensators wird Luft als definierte Zwischenschicht in Reihe geschaltet (Abb. 30). Dadurch erfolgt eine weitere Reduzierung der Feldstärke im Arbeitsgut. Beim Einsatz von Al_2TiO_5 lassen sich im Vergleich zu den anderen Zwischenschichtmaterialien die höchsten Feldstärken im Arbeitsgut ($75 \dots 150 \text{ V} \cdot \text{mm}^{-1}$) erzielen. Durch vertikale Anordnung der Elektroden und oberseitige Abzugsmöglichkeit für entstehende Gase aus dem Arbeitsgut (Al_2TiO_5 -Schmelztiegel) besitzt die Luftschicht nahezu konstante elektrische Eigenschaften.

Als Al_2TiO_5 -Zwischenschichten wurden Tiegel gewählt. In Tabelle 13 sind für ausgewählte Gemenge die Anschlußwerte des Schmelzkondensators berechnet. Die dabei zu transformierenden Elemente sind Abbildung 37 zu entnehmen. Dabei gelten die Gleichungen (6.10) und (6.11) mit $C_s \rightarrow C_{\text{ers}}$ und $\tan \vartheta_s \rightarrow \tan \vartheta_{\text{ers}}$. Aus den elektrischen Kennwerten des "Ersatz"-Arbeitsgutes lassen sich durch (6.12) Kapazität C_s und (6.13) der Verlustfaktor $\tan \vartheta_s$ des Dreischicht-Schmelzkondensators berechnen.

$$C_s = \frac{C_L / R_{\text{ers}}^2 + \omega^2 C_{\text{ers}} C_L (C_{\text{ers}} + C_L)}{1 / R_{\text{ers}}^2 + \omega^2 (C_{\text{ers}} + C_L)^2} \quad (6.12)$$

$$\tan \vartheta_s = \frac{\tan \vartheta_{\text{ers}}}{1 + \left[C_{\text{ers}} (1 + \tan^2 \vartheta_{\text{ers}}) / C_L \right]} \quad (6.13)$$

Demnach wird der Verlustfaktor des die Probe enthaltenden Schmelzkondensators $\tan \delta_s$ entsprechend Gleichung (6.13) immer kleiner sein als der Verlustfaktor des Arbeitsgutes.

Tab. 14 Kapazität und Wirkwiderstand des Dreischicht-Schmelzkondensators mit Al_2TiO_5 -Zwischenschicht der Höhe $h_Z = 1,0 \text{ cm}$ ($\epsilon'_Z = 12$, $\tan \delta_Z = 4 \cdot 10^{-3}$)

		Gemenge 600 °C vorbeh. PQ	unbeh. TCP
Arbeits- gut $A_1 = 13,80 \text{ cm}^2$	ϵ'_1	5,89	23,1
	$\tan \delta$	0,153	0,31
	α_f	$1,37 \cdot 10^{-5} \text{ S} \cdot \text{cm}^{-1}$	$1,08 \cdot 10^{-4} \text{ S} \cdot \text{cm}^{-1}$
	h_1	0,6 cm	0,6 cm
	C_P	12,18 pF	47,04 pF
	R_P	3,22 k Ω	418,1 Ω
Al_2TiO_5	C_Z	22,84 pF	22,84 pF
	R_Z	64,39 k Ω	64,39 k Ω
"Ersatz"- arbeits- gut	C_{ers}	12,12 pF	17,81 pF
	$\tan \delta_{\text{ers}}$	0,073	0,0856
	R_{ers}	6,64 k Ω	3,86 k Ω
Schmelz- kon- sator	C_s	7,41 pF	9,22 pF
	$\tan \delta_s$	0,045	0,044
	R_{ps}	17,83 k Ω	14,84 k Ω

Im Dreischicht-Schmelzkondensator ist die geforderte Anschlußkapazität C_s problemlos realisierbar. Die in Tabelle 14 berechneten Wirkwiderstände R_{ps} liegen allerdings über dem geforderten Wert von 10 k Ω (entspr. Kap. 5.3.3.3.). Die mit den berechneten Schmelzkondensatoren durchgeführten Schmelzversuche führten jedoch zu auswertbaren Ergebnissen (Tab. 16 /03, 04). Die Differenz zwischen berechneten (s.Tab. 14) und geforderten Anschlußwerten läßt unter Berücksichtigung der Ergebnisse mit Dreischicht-Schmelzkondensatoren im praktischen Versuch auf Fehlerquellen im Berechnungsmodell schließen, die z.B. durch die Vernachlässigung des Einflusses des Randfeldes auftreten.

6.3. Leistungsumsatz im Schmelzkondensator

Für die Berechnung der im Einschicht-Schmelzkondensator umgesetzten Leistung gilt Gleichung (3.25).

In Zwei- und Dreischicht-Schmelzkondensatoren wird R_{ps} bei Raumtemperatur um $10 \text{ k}\Omega$ liegen. Bei einer Arbeitsspannung von 2000 V ergibt sich im Schmelzkondensator formal ein Wirkleistungsumsatz von maximal 400 W .

Die im Arbeitsgut von Zweischichtkondensatoren mit fester Zwischenschicht umsetzbare Wirkleistung berechnet sich durch Gleichung (6.14).

$$P = U_P^2 / R_P = (E_1 h_1)^2 / R_P \quad (6.14)$$

Im folgenden soll für Dreischicht-Schmelzkondensatoren die Berechnung des konkreten Wirkleistungsumsatzes und der Zusammenhang zwischen Leistungsumsatz und dem bereits erwähnten Regeleffekt abgeleitet werden.

Für den "Ersatz"-Zweischichtkondensator ergeben sich nach Abbildung 37 die Widerstandsoperatoren \underline{Z}_{ers} und \underline{Z}_L durch die Gleichungen (6.15) und (6.16).

$$\underline{Z}_{ers} = \frac{R_{ers} / (j\omega C_{ers})}{R_{ers} + 1 / (j\omega C_{ers})} = \frac{R_{ers}}{1 + j\omega C_{ers} R_{ers}} \quad (6.15)$$

$$\underline{Z}_L = 1 / (j\omega C_L) \quad (6.16)$$

$$\frac{\underline{U}_{ers}}{\underline{U}_{cs}} = \frac{\underline{Z}_{ers}}{\underline{Z}_L + \underline{Z}_{ers}} = \frac{\omega^2 C_L R_{ers}^2 (C_L + C_{ers})}{1 + \omega^2 R_{ers}^2 (C_{ers} + C_L)^2} + j \frac{\omega C_L R_{ers}}{1 + \omega^2 R_{ers}^2 (C_{ers} + C_L)^2} \quad (6.17)$$

Der Effektivwert der HF-Teilspannung über dem Ersatzarbeitsgut (bzw. Arbeitsgut bei Zweischicht-Schmelzkondensatoren) berechnet sich aus (6.17). Für U_{ers} gilt (6.18).

$$U_{ers} = \frac{\omega U_{cs} R_{ers} \sqrt{1 + \omega^2 R_{ers}^2 (C_{ers} + C_L)^2}}{1 + \omega^2 R_{ers}^2 (C_{ers} + C_L)^2} \quad (6.18)$$

Basierend auf Gleichung (3.10) läßt sich unter Einbeziehung von Gleichung (6.18) für Schmelzkondensatoren mit Luftschicht die umgesetzte Wirkleistung durch (6.19) berechnen.

$$P = U_{\text{ers}}^2 / R_{\text{ers}} = \omega^2 U_{\text{cs}}^2 C_L^2 R_{\text{ers}} / \left[1 + \omega^2 R_{\text{ers}}^2 (C_{\text{ers}} + C_L)^2 \right] \quad (6.19)$$

Für den Dreischichtkondensator ist zu berücksichtigen, daß sich ein Teil der Leistung in der festen Zwischenschicht umsetzt. Dieser Anteil kann, basierend auf den gemessenen elektrischen Eigenschaften des Zwischenschichtmaterials, im Temperaturbereich 25...450 °C berechnet werden. Für höhere Temperaturen dagegen ist auf Grund nicht bekannter elektrischer Eigenschaften nur eine Abschätzung möglich. Berücksichtigt man die Temperaturabhängigkeit von R_{ers} , so errechnet sich nach Gleichung (6.20) für einen bestimmten Wert R_{ers} das Leistungsmaximum. Mit $\omega^2 U_{\text{cs}}^2 C_L^2 = B$ gilt:

$$\begin{aligned} \frac{dP}{dT} &= \frac{(B dR_{\text{ers}}/dT) - \left[B \omega^2 (C_{\text{ers}} + C_L)^2 R_{\text{ers}}^2 dR_{\text{ers}}/dT \right]}{1 + \omega^2 R_{\text{ers}}^2 (C_{\text{ers}} + C_L)^2} \\ &- \frac{(2BR_{\text{ers}}^3 \omega^2) dC_{\text{ers}}/dT}{1 + \omega^2 R_{\text{ers}}^2 (C_{\text{ers}} + C_L)^2} = 0 \end{aligned} \quad (6.20)$$

Bei temperaturunabhängigem C_{ers} ($dC_{\text{ers}}/dT = 0$) ergibt sich maximale Leistung, wenn sich R_{ers} auf einen Wert entsprechend

$$R_{\text{ers}} = 1 / \left[\omega (C_{\text{ers}} + C_L) \right] \quad (6.21)$$

(6.21) verringert hat. Die dabei auftretende maximale Leistung berechnet sich nach Gleichung (6.22).

$$P_{\text{max}} = U_{\text{cs}}^2 C_L^2 / \left[2(C_{\text{ers}} + C_L)^2 \right] \quad (6.22)$$

Die Verringerung von R_{ers} durch Temperaturerhöhung hat einen Abfall der Teilspannung U_{ers} zur Folge. Mit weiter steigender Temperatur verringert sich U_{ers} weiter, und die Teilspannung über der Luftschicht wächst an. Diese kann bis unterhalb ihrer Spannungsfestigkeit beansprucht werden.

Aus Gleichung (6.20) ist weiterhin ersichtlich, daß im allgemeinen ein von C_{ers} abhängiger Term auftritt. Da durch Temperaturerhöhung bei den untersuchten Gemengen (Kap. 4.5.2.) und den untersuchten Zwischenschichtmaterialien außer TiO_2 -Keramik (Tab. 5) eine Zunahme der Dielektrizitätszahl erfolgt, wird die Kapazitätzunahme des Arbeitsgutes (und der Zwischenschicht) dazu führen, daß dP/dT mit steigender Temperatur noch stärker abnimmt. Das bedeutet eine zusätzliche Reduzierung der HF-Teilspannung U_{ers} über dem Arbeitsgut in Abhängigkeit von der aktuellen Temperatur. Durch den positiven Temperaturkoeffizienten ($dC/dT > 0$) des Arbeitsgutes (und der Zwischenschicht) verschiebt sich das Minimum des Parallelwiderstandes R_{ers} zu niedrigeren Temperaturen. Wenn also die Temperatur im Arbeitsgut oder in der festen Zwischenschicht an einigen Stellen über die Werte der Umgebung angestiegen ist, erhitzen sich vorerst die benachbarten kälteren Stellen./51/

7. Schmelzversuche

7.1. Schmelzversuche in Ein- und Zweischicht-Schmelzkondensatoren

Im Ein- und Zweischichtkondensator wurden nur vorbehandelte Gemenge im verpreßten Zustand als Gemegetablette mit ($A_1 = 12,57 \text{ cm}^2$, $h_1 = 2,0 \dots 3,5 \text{ mm}$) eingesetzt.

In der konkreten Anordnung des Einschicht-Schmelzkondensators erreichen kontaktierte Gemegetabletten bei Raumtemperatur Durchschlagsfestigkeiten von $E_d \approx 1000 \text{ V} \cdot \text{mm}^{-1}$. Die vorbehandelten BVK-, TCP- und BQ-Gemenge besitzen mit $\alpha_f < 10^{-7} \text{ S} \cdot \text{cm}^{-1}$ eine ungenügende Leitfähigkeit und erwärmen sich bis zur Erreichung ihrer kritischen Feldstärke nicht oder nur unwesentlich. Für PQ- und SMO-Gemenge mit höherer Leitfähigkeit können bei dieser Versuchsanordnung Erwärmungsprozesse bis ca. 200°C realisiert werden, was allerhöchstens für Trocknungsprozesse, aber nicht für die Einleitung von Schmelzprozessen ausreicht. Da sich die Forderung nach ideal homogenem Feldverlauf und ideal homogenem Arbeitsgut praktisch nicht verwirklichen läßt, bilden sich partielle Überhitzungszonen aus. Diese führen zwangsläufig zum Wärmedurchschlag.

Tab. 15 Erwärmungsversuche im Zwischenschicht-Schmelzkondensator

	Gemenge	Elektroden	Zwischensch.	Ergebnis
01	700 °C vorbeh. PQ $h_1 = 2,5$ mm	Tantal, Nickel*	Al ₂ O ₃ -porös $h_Z = 2,0$ mm	$U_{cs} = 1250$ V: vollständig glühende Gemengetablette nach nach 300 s, danach starke örtliche Über- hitzung und Durchschlag der ZS, max. Elek- trodentemp. 600 °C, große partielle An- schmelzung, Abb. 38
02	700 °C vorbeh. PQ $h_1 = 2,5$ mm	Tantal, Nickel*	Al ₂ O ₃ -dicht** $h_Z = 1,6$ mm	$U_{cs} = 1000$ V: rasche Erwärmung bis ca. 800 °C, danach Bruch der Zwischenschicht
03	700 °C vorbeh. PQ $h_1 = 2,5$ mm	Tantal, Nickel*	Al ₂ TiO ₅ ** $h_Z = 5,0$ mm	$U_{cs} = 1250$ V: nach ca. 240 s partielle Glüherscheinungen mit Anschmelzungen, Durchschlag der ZS, max. Elektrodentemp. 750 °C
04	vorbeh. SMO $h_1 = 3,5$ mm Gemengetablette und ZS versintert, Abb. 39l	Al-Folie Nickel*	Al ₂ O ₃ -dicht Silberkontak- taktierung $h_Z = 1,6$ mm	$U_{cs} = 1200$ V: einsetzende Erwärmung $U_{cs} = 1500$ V: Glüherscheinungen nach 600 s, max. Elektro- dentemp. 175 °C, partielle SMO-Schmelze, Risse in der ZS, Abb. 40l
05	vorbeh. SMO $h_1 = 3,6$ mm Gemengetablette und ZS versintert, Abb. 39r	Al-Folie Nickel*	Al ₂ TiO ₅ Silberkontak- taktierung $h_Z = 7,5$ mm	$U_{cs} = 1500$ V: nach 1080 s Durchschlag der ZS, max. Elek- trodentemp. 215 °C, Abb. 40r, insgesamt niedrigerer Leistungsaufnahme im Vergleich zu Versuch 04
06	700 °C vorbeh. PQ $h_1 = 3,5$ mm	Tantal, Nickel*	Luft $h_L = 1...3,5$ mm	Erwärmung der Gemengetablette möglichst (Elektrodentemp. 500 °C), Kondensation von P ₂ O ₅ -Dämpfen an der Oberelek- trode führt zur Ausbildung eines Lichtbogens

*

Unterelektrode (Nickel) als Ni-CrNi-Thermoelement ausgeführt
** Zwischenschicht jeweils einseitig Chromnickel beschichtet

Im Zweischicht-Schmelzkondensator wurden nur die vorbehandel-
ten SMO- und PQ-Gemenge zu Erwärmungsversuchen eingesetzt
sowie die zur Verfügung stehenden Zwischenschichten Al_2O_3 -
porös (Schaumkorund), Al_2O_3 -dicht (Sinterkorund) und Al_2TiO_5
auf ihre Anwendbarkeit untersucht. Für das besser leitfähige
PQ-Gemenge wurde das Erwärmen mit Luftspalt erprobt. In Tabel-
le 15 sind die entsprechenden Schmelzversuche aufgeführt.

Bei Schaumkorund-Zwischenschichten (Versuch 01) ist eine Kon-
taktierung nicht möglich. Durch die niedrige relative Di-
elektrizitätszahl entsteht über der Schaumkorund-Zwischen-
schicht ein großer Spannungsabfall. Das poröse Gefüge läßt
zwar keine Homogenisierung des HF-Feldes erwarten, aber der
große Spannungsabfall bewirkt dennoch ein Regelverhalten. In
Abbildung 38 ist eine partiell aufgeschmolzene PQ-Gemengeta-
blette auf einer Schaumkorund-Zwischenschicht zu sehen (Ver-
such 01). Vollständig erschmolzene Gemengetabletten sind mit
Schaumkorund-Zwischenschichten nicht zu erhalten.

Die gute TWB, die hohe mögliche Einsatztemperatur und der
geringe Verlustfaktor rechtfertigen den Einsatz von Schaumko-
rund im HF-Feld z.B. als Stütz- und Isoliermaterial.



Abb. 38
Partiell erschmolzene PQ-Gemenge-
tablette auf einer Schaumkorund-
Zwischenschicht

Durch das Aufbringen leitfähiger (metallischer) Schichten auf
die festen Zwischenschichtmaterialien Al_2O_3 -dicht und Al_2TiO_5
(Versuche 02...05) konnten die auftretenden Sprühercheinungen
im Bereich Elektrode/Zwischenschicht vollständig beseitigt
werden.

Zur Beseitigung der unerwünschten Luftschicht zwischen Ar-
beitsgut und Zwischenschicht wurden für die Versuche 04 und 05
die Gemengetabletten mit den Zwischenschichten haltbar versin-
tert (Abb. 39). Im Versuch 04 zeigen sich nach 600 s bei

$U_{cs} = 1500 \text{ V}$ partielle Glüherscheinungen. Diese führen zum Aufschmelzen der Silberkontaktierung und zu Rissen in der Al_2O_3 -Zwischenschicht im Glühbereich (Abb. 401).

Die Versuche mit Sinterkorundzwischenschichten (Versuche 02, 04) zeigen, wie vorauszusehen, daß dieses Material die Anforderungen der TWB nicht erfüllt.

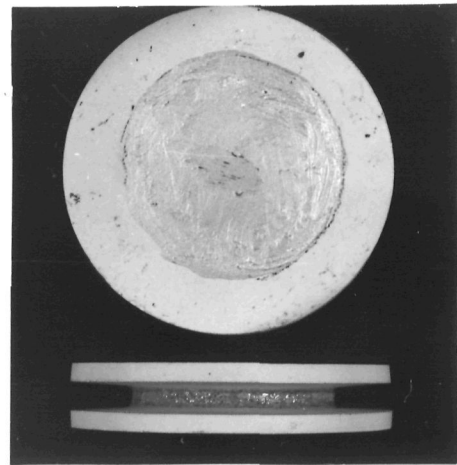


Abb. 39 Mit unterschiedlichen Zwischenschichten versinterte SMO-Gemengetabletten; links - mit Al_2O_3 -dicht, rechts - mit Al_2TiO_5 -Ronden

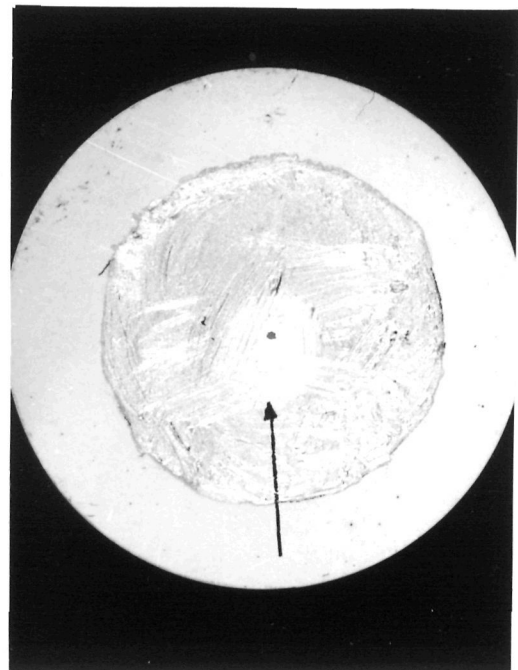
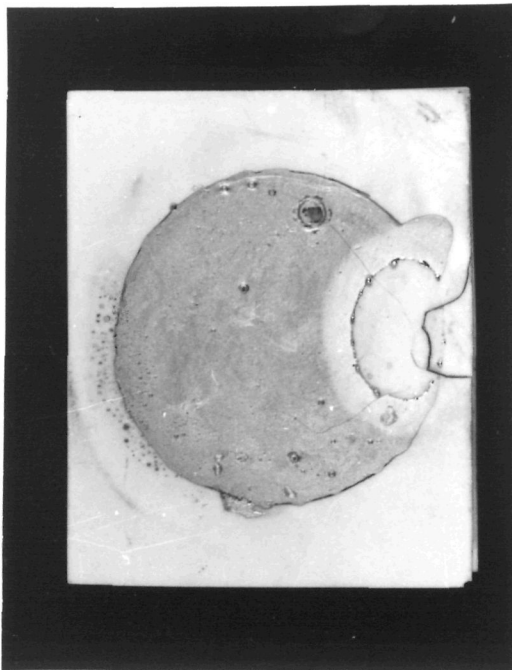


Abb. 40 Sinterkörper aus vorbeh. SMO-Gemenge nach Schmelzversuch; links - mit Al_2O_3 -dicht, rechts - mit Al_2TiO_5

An Stelle von Al_2O_3 -dicht wurden im Versuch 05 Al_2TiO_5 -Zwischenschichten eingesetzt. Bei gleicher Arbeitsguthöhe und Arbeitsspannung (vergl. Versuch 04) erfolgte nach 1080 s ein Durchschlag. Abbildung 40r zeigt, daß die Mitte der Al_2TiO_5 -Zwischenschicht stark erwärmt wurde (hellere Färbung der Silberkontaktierung, Pfeil). Der Durchschlag durch die Zwischenschicht ist ebenfalls erkennbar. Es traten keine Risse oder Deformationen des Zwischenschichtmaterials auf.

Die Erwärmungsversuche mit Zweischicht-Schmelzkondensatoren bestätigen die Annahme, daß durch Vorschalten von Zwischenschichten eine Homogenisierung des HF-Feldes im Arbeitsgut erreicht werden kann. Ausdruck dafür sind die im Vergleich zum Einschicht-Schmelzkondensator erreichten höheren Temperaturen und die partiellen Aufschmelzungen (Versuche 01, 04, 05). Als störend erwies sich das Auftreten von Luftschichten in den Übergangsbereichen Elektrode/Zwischenschicht/Gemengetablette. Während für den Übergang Elektrode/Zwischenschicht eine befriedigende Lösung gefunden wurde, bleibt das Problem im Bereich Zwischenschicht/Gemengetablette ungelöst und tritt dem Erwärmungsvorgang als hochgradig störend entgegen. In der Luftschicht dieses Kontaktbereiches treten, bedingt durch deren geringe Höhe, sehr hohe Feldstärken auf, die bei Überschreitung der Spannungsfestigkeit zu Sprüh- und Lichtbogenerscheinungen führen. Die Schmelzversuche 04 und 05 mit angesinterten Zwischenschichten ergaben nicht das gewünschte ganzflächige Aufschmelzen der Gemengetablette. Im Versuch 06 wurde deshalb eine definierte Luftschicht zugelassen. Durch den Austritt von P_2O_5 -Dämpfen während des Erwärmungsverlaufes und ihrer tropfenförmigen Kondensation an der horizontalen Oberelektrode verringerte sich der Luftspalt, worauf die Bildung eines Lichtbogens im verengten Luftspalt folgte.

Bei einer möglichen vertikalen Elektrodenanordnung ($\hat{=}$ vertikalem Luftspalt) wirken sich zwar die austretenden Gase weniger störend aus (freie Abzugsmöglichkeit), dafür ergibt sich aber aus der unausbleiblichen Formänderung der Gemengetablette (z.B. durch Schmelze) eine unkontrollierte Verkleinerung des Luftspaltes. Führt die Formänderung zur vollständigen Beseitigung des Luftspaltes, ergeben sich Verhältnisse analog zum Einschicht-Schmelzkondensator.

Die Forderung nach einer stabilen Luftschicht erfüllt der Dreischicht-Schmelzkondensator.

7.2. Schmelzversuche im Dreischicht-Schmelzkondensator

Für die Versuche im Dreischichtkondensator diene ausschließlich Al_2TiO_5 als Zwischenschichtmaterial. Im Unterschied zu den im Zweischichtkondensator eingesetzten Al_2TiO_5 -Ronden, erfolgten die Schmelzversuche in Aluminiumtitanattiegeln. Diese Tiegel sind dadurch gekennzeichnet, daß sie zwei planparallele Flächen besitzen. Zwischen diesen Flächen und den Elektroden des Schmelzkondensators ist die definierte Einstellung einer Luftschicht möglich. Im Inneren des Tiegels wird das pulverförmige Arbeitsgut eingebracht. Damit entfällt die Herstellung von gepreßten Gemengetabletten. Die örtliche Fixierung des Arbeitsgutes im Tiegel ermöglichte die Einbeziehung des unbehandelten (gasabspaltenden) TCP-Gemenges in die Versuche. Aufgrund der zu erwartenden Feldstärke von maximal $200 \text{ V} \cdot \text{mm}^{-1}$ im Arbeitsgut und der Ergebnisse aus Kapitel 7.1. beschränkten sich die Schmelzversuche auf Gemenge mit hoher Leitfähigkeit. Tabelle 16 enthält die Versuchsergebnisse. Versuch 01 zeigt, daß aufgrund des ungenügenden Verdichtungsgrades des PQ-Gemenges im Tiegel keine Erwärmung erfolgt. Das Verdichten des Arbeitsgutes in den Versuchen 02 bis 04 erfolgte mit einem dazu gefertigten Aluminiumstempel durch Handkraft. Es bewirkt eine Erhöhung von Dielektrizitätszahl und Verlustfaktor, so daß die elektrischen Eigenschaften mit denen der ausgemessenen Gemengetabletten vergleichbar sind. Aus dem Ergebnis des Versuches 02 läßt sich ableiten, daß das 700°C vorbehandelte PQ-Gemenge im Dreischichtschmelzkondensator nicht schmelzbar ist. Ursache dafür ist seine geringe Leitfähigkeit von $\kappa_f = 2,01 \cdot 10^{-6} \text{ S} \cdot \text{cm}^{-1}$. Die kapazitive Erwärmung von 600°C vorbehandeltem PQ-Gemenge (Versuch 03), das eine Leitfähigkeit von $\kappa_f = 1,37 \cdot 10^{-5} \text{ S} \cdot \text{cm}^{-1}$ aufweist, konnte ausgeführt werden.

Bereits am Erwärmungsbeginn kann die benötigte Arbeitsspannung eingestellt werden, die unter Berücksichtigung der Durchschlagsfestigkeit des Luftspaltes gewählt werden muß. Unter

Tab. 16 Schmelzversuche im Dreischicht-Schmelzkondensator

Vers. Nr.	Gemenge	Al ₂ TiO ₅ -Tiegel (ZS)	Luftschicht	Ergebnis
01	700 °C vorbeh. PQ h ₁ = 6,0 mm	Gesamtwandstärke h _Z = 8,0 mm Gemenge lose eingelegt	h _L = 1,0 mm	U _{cs} < 1750 V: kaum merkliche Erwärmung, Temp. < 65 °C U _{cs} = 2000 V: nach 1620 s Durchschlag ohne Schmelze
02	700 °C vorbeh. PQ h ₁ = 6,0 mm	h _Z = 8,0 mm Gemenge lose eingelegt	h _L = 1,0 mm	U _{cs} > 1750 V: beginnende Erwärmung, nach ca. 900 s Glühen des PQ-Gemenges, nach weiteren 960 s Durchschlag durch eine Tiegelschmelze
03	600 °C vorbeh. PQ h ₁ = 6,0 mm	h _Z = 10,0 mm Gemenge verdichtet	h _L = 1,0...1,5 mm	U _{cs} > 1000 V: beginnende Erwärmung U _{cs} = 1750 V: nach 360 s gleichmäßiges Glühen des PQ-Gemenges; Glüh-/Schmelzdauer 300 s, Temp. 1400...1500 °C, danach Durchschlag, HF-SGPM entsprechend Röntgenfeinstruktur; Abb. 41
04	unbeh. TCP h ₁ = 6,0 mm	h _Z = 10,0 mm Gemenge verdichtet	h _L = 1,0...1,5 mm	U _{cs} = 1000 V: nach 120 s Entweichen von NH ₃ und NO _x , notwendige Steigerung von U _{cs} U _{cs} = 1750 V: nach weiteren 180 s gleichmäßiges Glühen; Glühdauer ca. 600 s, Temp. ≥ 1250 °C danach Durchschlag, α- und β-Ca ₃ (PO ₄) ₂ entspr. Röntgenfeinstruktur; Abb. 42

den konkreten Versuchsbedingungen waren Arbeitsspannungen von $U_{cs} \geq 1000$ V erforderlich, um einen Glühprozeß einzuleiten (Tab. 16). Mit zunehmender Arbeitsspannung ergeben sich höhere Aufheizgeschwindigkeiten. Bei Temperaturen oberhalb 800°C muß die Absaugung in Betrieb genommen werden, da durch die Zersetzung von $\text{Al}(\text{PO}_3)_3$ eine starke P_2O_5 -Dampfbildung einsetzt. Für die im Versuch 03 angewendete Arbeitsspannung von $U_{cs} = 1750$ V beobachtet man nach 360 s ein gleichmäßiges Glühen des PQ-Gemenges. Dem Glühen folgt die Bildung schmelzflüssiger Phasen. Nach weiteren 300 s Versuchsdauer zündet im Luftspalt ein Lichtbogen, der eine Al_2TiO_5 -Tiegelwand zerstört. Es entsteht ein grau-braunes Schmelzprodukt, welches durch Röntgenfeinstrukturanalyse untersucht wurde (Kap. 7.3).

Die dielektrische Erwärmung von unbehandeltem TCP-Gemenge (Versuch 04) ist dadurch gekennzeichnet, daß bei Temperaturen im Bereich von $200 \dots 300^\circ\text{C}$ eine heftige Gasentwicklung (NH_3 , NO_x) einsetzt. Wählt man die Arbeitsspannung am Schmelzkondensator zu hoch, treten impulsartige Gemengeeruptionen auf. Für Arbeitsspannungen von $U_{cs} = 1000$ V verläuft die Zersetzung von NH_4NO_3 gleichmäßig und ohne Gemengeaustritt aus dem Al_2TiO_5 -Tiegel. Nach dem Abklingen der Gasentwicklung bei Temperaturen über 340°C muß die Arbeitsspannung erhöht werden. Nach etwa 180 s beginnt das Arbeitsgut gleichmäßig zu glühen. Diesem Prozeß folgt ein zunehmendes Glühen des Tiegelmaterials. Nach ca. 600 s zündet ein Lichtbogen im Luftspalt, der das Tiegelmaterial zerstört. Im Ergebnis dieses Glühprozesses entsteht ein Trikalziumphosphat mit hohem Anteil an gewünschter α -Kristallphase.

In den Versuchen 03 und 04 wurden mit dem 600°C vorbehandelten PQ-Gemenge und dem unbehandelten TCP-Gemenge mit Sicherheit Temperaturen über 1200°C erreicht. Infolge der Erwärmung des Arbeitsgutes tritt durch Wärmeleitung eine Erwärmung der Zwischenschicht auf. Bis 450°C ist der Temperatureinfluß auf die elektrischen Eigenschaften des Zwischenschichtmaterials noch gering (Tab. 5). Bei höheren Temperaturen wirkt jedoch zusätzlich zur Wärmeleitung die dielektrische Selbsterwärmung des Zwischenschichtmaterials. Daraus wiederum resultiert ein rascher Anstieg seiner elektrischen Leitfähigkeit, und es kommt zum Wärmedurchschlag, der den Erwärmungsprozeß vor dem gewünschten Ergebnis abbricht.

7.3. Bewertung der Ergebnisse

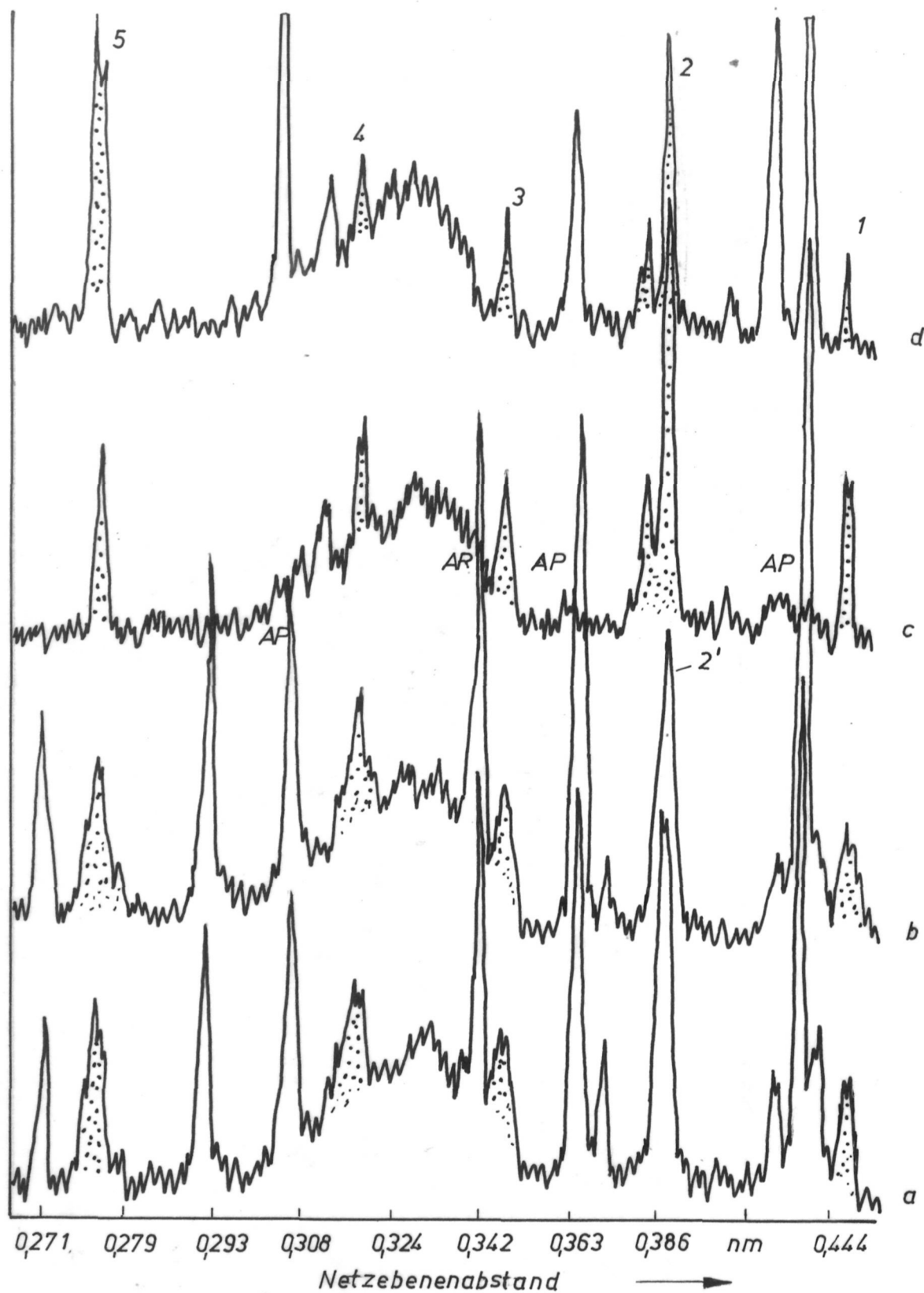
Die Erwärmungsversuche in Ein- und Zweischicht-Schmelzkondensatoren zeigen, daß zwar prinzipiell eine kapazitive Erwärmung möglich ist, aber für die Erzeugung hoher Temperaturen sind diese Kondensatoranordnungen ungeeignet.

Als positiv können die Glüh- und Schmelzversuch mit 600 °C vorbehandeltem PQ-Gemenge (Versuch 03) und mit unbehandeltem TCP-Gemenge (Versuch 04) im Dreischicht-Schmelzkondensator bezeichnet werden.

Das im Versuch 03 dielektrisch erzeugte HF-Endprodukt (HF-SGPM) wurde mittels Röntgenfeinstrukturanalyse untersucht. Abbildung 41 zeigt die Pulverdiagramme der vorbehandelten PQ-Gemengen und der Endprodukte. Zwischen den Gemengespektren (a, b) besteht kristallographisch kein Unterschied. Alle Peaks sind sowohl qualitativ als auch quantitativ vergleichbar. Die Spektren der Endprodukte unterscheiden sich jedoch deutlich. Während das ofengeschmolzene Endprodukt (Spektrum d) eine große Anzahl Peaks aufweist, sind für das HF-SGPM (Spektrum c) nur die Peaks 1...5 stark ausgeprägt, wobei Peak 1 und 2 stärker als im ofengeschmolzenen vorliegt. Weitere Peaks der ofengeschmolzenen Vergleichsprobe deuten sich im Untergrund an. Die Peaks 1...5 (punktiert) entsprechen den Netzebenenabständen von $\text{Al}(\text{PO}_3)_3$ (ASTM 13 - 430) nach /52/. Der Peak 2' ist ebenfalls $\text{Al}(\text{PO}_3)_3$ (thermisch unbehandelt) zuzuordnen und tritt im Pulverdiagramm des Rohstoffes Aluminiummetaphosphat auf. Der Unterschied zwischen den Spektren der Endprodukte kann zwei Ursachen haben.

- (1) Bei der kapazitiven Schmelze des 600 °C vorbehandelten PQ-Gemenges war die Temperatur im Arbeitsgut zu gering. Damit konnten sich nicht alle Eutektika ausbilden.
- (2) Die durch die geringe Probenmenge von ca. 15 g erzielte Abkühlgeschwindigkeit war so groß, daß hauptsächlich $\text{Al}(\text{PO}_3)_3$ kristallisierte und weitere kristalline Phasen unterdrückt wurden.

Während für das ofengeschmolzene SGPM in /31/ die Eignung für die Herstellung von Phosphorquellscheiben als Finalprodukt



a - 600 °C vorbeh. PQ-Gem. c - HF-SGPM
 b - 700 °C vorbeh. PQ-Gem. d - ofengeschmolzenes SGPM

Abb. 41 Pulverdiagramme von PQ-Gemengen und Endprodukten

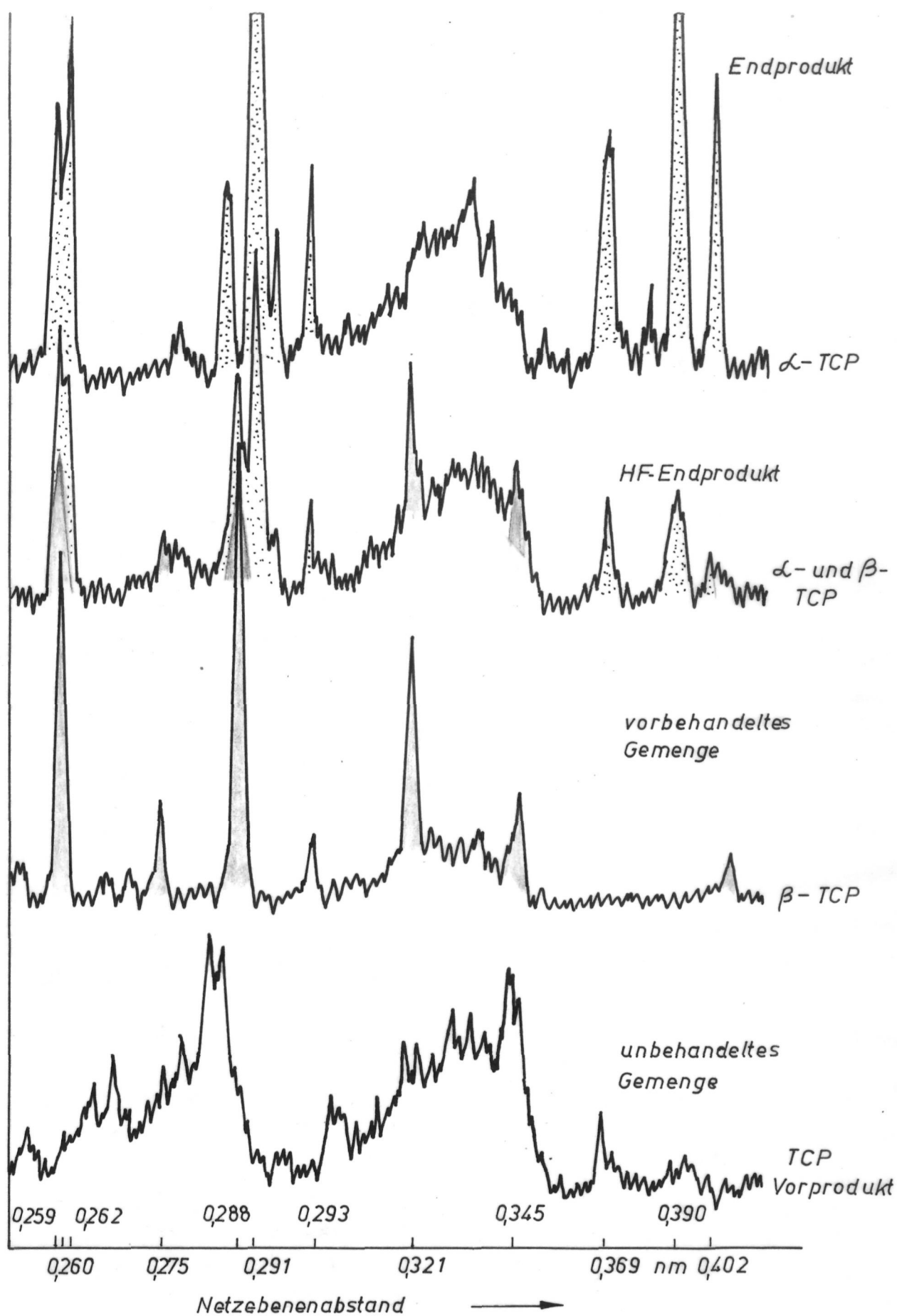


Abb. 42 Pulverdiagramme von TCP-Gemengen und Endprodukten

nachgewiesen wurde, sind aus HF-SGPM keine Quellscheiben synthetisiert worden. Damit kann über die Eignung des HF-SGPM als Material für Phosphorquellscheiben zum gegenwärtigen Zeitpunkt keine Aussage getroffen werden.

Eine Bewertung des Versuches 04 mit unbehandeltem TCP-Gemenge erfolgte ebenfalls durch die Röntgenfeinstrukturanalyse. In Abbildung 42 sind die Pulverdiagramme der TCP-Gemenge den Endprodukten gegenübergestellt. Das vorbehandelte Gemenge besteht aus hexagonalem $\beta\text{-Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ (ASTM 9 - 169) /52/. In der Vergleichsprobe Endprodukt WfTG ist $\beta\text{-Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ nicht mehr nachweisbar. Sie besteht aus monoklinem $\alpha\text{-Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ (ASTM 29-359). Das HF-Endprodukt, das durch kapazitive Erwärmung hergestellt wurde, enthält einen ca. 75 %igen Anteil an $\alpha\text{-Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ und einen β -Restanteil. Die entsprechende Analyse wurde im VEB WfTG Ilmenau ausgeführt. Durch Lichtbogenbildung kam es nach 0,17 h und Temperaturen 1250 °C zum Versuchsabbruch. Aus der kurzen Glühdauer im Vergleich zur konventionellen Temperatur (0,5 h/1000 °C + 4 h/1600 °C) resultiert der ca. 15%ige Restanteil an $\beta\text{-Ca}_3(\text{PO}_4)_2$.

Mit einer Einwaage von ca. 9 g TCP-Gemenge wurde zum Erreichen der angenommenen Glühtemperatur von 1250 °C eine durchschnittliche Aufheizgeschwindigkeit von ca. 5,8 K·s⁻¹ (350 K·min⁻¹) ermittelt. Die Temperatur im Arbeitsgut kann mit Sicherheit im Bereich von 1250...1350 °C angenommen werden, da es nach /52/ erst in diesem Temperaturbereich zur Phasenumwandlung von β - in $\alpha\text{-Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ kommt.

In den Versuchen 03 und 04 wurden beim Einsatz von 600 °C vorbehandelten PQ-Gemenge und dem unbehandelten TCP-Gemenge durch kapazitive HF-Erwärmung hohe Temperaturen erreicht. Die kürzere Standzeit des Tiegels im Versuch 03 (PQ-Gemenge) bei gleichen Schmelzkondensatoraufbau und gleicher Arbeitsspannung weist darauf hin, daß die im PQ-Arbeitsgut erzielte Temperatur über der des Versuches 04 (TCP-Gemenge) lag.

8. Weiterführung der Arbeiten

Ausgehend von den Problemen, die bisher nicht gelöst werden konnten, sowie den Anforderungen, die sich aus der Entwicklung

des Verfahrens selbst ergeben, werden im folgenden weiterführende Arbeiten vorgeschlagen.

Im Einschicht-Schmelzkondensator konnten aus der Elektroden-temperatur Rückschlüsse über den Erwärmungsverlauf gezogen werden. Da im Zwei- und Dreischichtkondensator der direkte Kontakt zwischen Elektrode und Arbeitsgut nicht gegeben ist, kann eine Beurteilung des Erwärmungsverlaufs über die Elektrodentemperatur nicht erfolgen. Durch den Einsatz von Schmelztiegeln im Dreischicht-Schmelzkondensator steht ein hinreichend großer Meßfleck für eine pyrometrische Temperaturmessung zur Verfügung. Einbauort, Abstimmung und Einfluß der Gasentwicklung des Gemenges auf das Meßergebnis müssen durch entsprechende weiterführende Versuche ermittelt werden.

Für die Auslastung der verfügbaren Generatorleistung ist es wichtig, die im Schmelzkondensator umgesetzte Wirkleistung zu kennen. Zu Beginn des Erwärmungsvorganges ist der Leistungsumsatz im Arbeitsgut berechenbar. Für Temperaturen über 450 °C und insbesondere während der Glüh- und Schmelzprozesse kann nur eine qualitative Aussage anhand der Änderung des Anodenstromes I_a getroffen werden. Auch die Messung von Strom und Spannung, die zur Anodenspannungserzeugung benötigt werden, läßt kaum eine Abschätzung der im Arbeitsgut umgesetzten Leistung zu. Für den Glühversuch 04 (Tab. 16) mit unbehandeltem TCP-Gemenge im Dreischicht-Schmelzkondensator liegt der berechnete Leistungsumsatz zu Beginn des Glühversuches mit $U_{cs} = 1250 \text{ V}$ bei ca. 200 W. In der Glühphase erreichte der Generator eine geschätzte Leistungsabgabe von 1000 W. Unter Berücksichtigung einer Leistungsreserve und des Fehlers bei der "Leistungsermittlung" eignet sich die im Kapitel 5. beschriebene und für die Versuche eingesetzte HF-Anlage für die doppelte bis dreifache Probenmasse. Verfahren zur Messung der Wirkleistung in selbsterregten einkreisigen HF-Generatoren werden in /53/ ausführlich diskutiert. Dabei stehen umfangreiche Anforderungen an die Meßsensoren (Hallgeneratoren bzw. Feldplatten) sowie an die Auswerte- und Steuertechnik. Im Zusammenhang mit der Wirkleistungsmessung ist es möglich, die Resonanzeinstellung zwischen Arbeits- und Anodenschwingkreis zu realisieren.

Prinzipielles Erscheinungsbild der Hochtemperaturversuche

(Tab. 16) war es, daß dem Glühen des Arbeitsgutes ein ständig zunehmendes Glühen des Al_2TiO_5 -Tiegels folgte. Da für dieses Tiegelmateriale bereits bei 450°C eine erhebliche Zunahme des Verlustfaktors festzustellen ist (Tab. 5), muß beim Glühen des Tiegelmateriale mit einer erheblichen dielektrischen Selbsterwärmung gerechnet werden. Innerhalb der Werkstoffpalette sind Tiegelmateriale auszuwählen, die eine hohe Einsatztemperatur bei guter TWB, eine hohe Dielektrizitätszahl ($\epsilon'_r \geq 10$), einen niedrigen Verlustfaktor und eine geringe Wärmeleitfähigkeit aufweisen. Innerhalb dieser Eignungsuntersuchungen sind auch die HF-Endprodukte auf Verunreinigungen durch das Tiegelmateriale zu analysieren.

Für Gemenge mit unzureichender Leitfähigkeit kann durch den Einsatz spezieller Verbindungen im Gemengesatz eine Steigerung der Leitfähigkeit erreicht werden. Derartige Verbindungen können eine Komponente des Gemenges realisieren (z.B. H_3PO_4 in den PQ-Gemengen) oder während des Erwärmungsprozesses in die Gasphase übergehen (z.B. NH_4NO_3 im unbehandelten TCP-Gemenge). Denkbar wäre auch der Einsatz von metallischen Feinstpulvern. Die Änderung der Geometrie des Schmelzkondensators hat ebenfalls einen Einfluß auf R_{ps} . Da diese Berechnung für Dreischicht-Schmelzkondensatoren sowohl aufwendig als auch umfangreich ist, sollte ein entsprechendes Optimierungsprogramm erarbeitet werden. Diese Aufgabe zu lösen wird dann sinnvoll, wenn meßtechnische Voraussetzungen vorhanden sind, die es gestatten, die Berechnungsergebnisse am aufgebauten Dreischicht-Schmelzkondensator zu kontrollieren.

Aus der Vorschaltung des im Temperaturbereiches $>350^\circ\text{C}$ notwendigen Luftspaltes ergibt sich zwangsläufig eine Erhöhung des Wirkwiderstandes R_{ps} des Schmelzkondensators. Wird für die z.Z. mit konstanter Höhe ausgeführte Luftschicht eine während des Erwärmungsprozesses veränderbare Luftschicht vorgesehen, ist es möglich, bei Raumtemperatur ohne Luftspalt zu arbeiten. Somit ergeben sich Voraussetzungen, Gemenge mit niedriger Leitfähigkeit zu erwärmen. Mit zunehmender Gemengeerwärmung erfolgt die Einstellung des erforderlichen Luftspaltes zwischen festem Tiegel und beweglichen Elektroden. Im Glüh-/Schmelzbereich ist dann die Luftspaltbreite so zu wählen, daß über ihr genügend Spannung zur Gewährleistung eines effek-

tiven Regeleffektes abfällt, ohne Überschreitung ihrer Spannungsfestigkeit.

Die Bandfilterkopplung zwischen Anoden- und Arbeitsschwingkreis, deren Funktionstüchtigkeit nachgewiesen wurde, stellt einen hohen Dimensionierungsaufwand, eine Einschränkung bezüglich der maximalen Arbeitsspannung (durch Spannungsfestigkeit von C 25 der ASE) und Wirkleistungseinbuße bei auftretender Verstimmung dar. Im Ergebnis der durchgeführten Versuche gibt es Überlegungen, den Schmelzkondensator als Teilkapazität des Anodenschwingkreises auszubilden. Damit entfällt das schmalbandige Übertragungsverhalten zwischen Anoden- und Arbeitsschwingkreis. Eine Änderung der Kapazität des Schmelzkondensators während des Erwärmungsvorganges würde im vorgeschlagenen Fall zu einer entsprechenden Frequenzänderung des Generators führen, d.h. die Resonanzfrequenz bestimmt die Arbeitsfrequenz. Es ist zu überprüfen, ob die Frequenzänderung innerhalb der zulässigen Toleranz von $27,12 \text{ MHz} \pm 162,72 \text{ kHz}$ erfolgt, oder ob durch geeignete Abschirmmaßnahmen eine Unterdrückung der Störstrahlung notwendig ist. Diese direkte Kopplung würde eine bedeutende Vereinfachung des Verfahrens ermöglichen.

9. Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit wird ein kapazitives Hochtemperaturverfahren beschrieben, das für die Schmelze bzw. Festkörperreaktion anorganisch-nichtmetallischer Werkstoffe erprobt wird. Die Auswahl der zu untersuchenden Gemenge basierte auf der Grundlage eines Forschungsvertrages. Dabei werden silikatische, boratische und phosphatische Gemenge - also die wichtigsten Glasbildner - berücksichtigt.

Die Bestimmung der elektrischen Gemengeeigenschaften (Dielektrizitätszahl, Verlustfaktor) erfolgt sowohl in Abhängigkeit von der Frequenz (1 kHz...2,5 GHz) als auch in Abhängigkeit von der Temperatur 25...450 °C (bei jeweils 1 MHz und 27 MHz). Aus den Meßergebnissen wird die elektrische Leitfähigkeit α_f berechnet, die eine dem Leistungsumsatz im Gemenge proportionale Größe darstellt. Die Gemenge weisen in Abhängigkeit von der chemischer Zusammensetzung und der gewählten

Vorbehandlung Leitfähigkeitsunterschiede von einigen Zehnerpotenzen auf.

Die aufgebaute HF-Schmelzanlage, deren Leistungsteil auf der Industriefrequenz 27,12 MHz schwingt und bis zu 4 kW HF-Leistung abgeben kann, dient zur Durchführung von Erwärmungsversuchen. Dabei zeigt sich, daß der Ausführung des Schmelzkondensators besondere Bedeutung zukommt. Nur im Falle eines abgestimmten Dreischicht-Schmelzkondensators, dessen eine Schicht aus Luft besteht, ist es möglich, Temperaturen im Bereich oberhalb 1250 °C zu erzielen.

Die notwendige Mindestleitfähigkeit für die zu erwärmenden Gemenge stellt mit $\kappa_f \geq 10^{-5} \text{ S} \cdot \text{cm}^{-1}$ werkstoffseitig eine Einschränkung dar. Für das unbehandelte TCP-Gemenge und das 600 °C vorbehandelte PQ-Gemenge, die diese Mindestleitfähigkeit aufweisen, sind erste ermutigende Glüh- und Schmelzversuche erfolgt. Dabei erreicht das unbehandelte TCP-Gemenge eine Endtemperatur im Bereich von 1250...1350 °C, während für das 600 °C vorbehandelte PQ-Gemenge eine Endtemperatur im Bereich von 1400...1500 °C angenommen werden kann. Die erzielten Aufheizgeschwindigkeiten liegen bei 300...350 K·min⁻¹. Diese hohe Aufheizgeschwindigkeit reduziert die Verdampfung von P₂O₅ aus dem 600 °C vorbehandelten PQ-Gemenge erheblich.

Die hergestellten HF-Endprodukte zeigen zu den entsprechenden Vergleichsproben (hergestellt im Kanthal-Super-Ofen) Unterschiede hinsichtlich des Anteils und der Anzahl der darin enthaltenen kristallinen Phasen. Diese Unterschiede sind auf den vorzeitigen Abbruch der Erwärmung infolge der kurzen Standzeit des Schmelztiegels im HF-Feld bzw. auf ungenügende Endtemperaturen zurückzuführen.

Die Ergebnisse bestätigen die prinzipielle Möglichkeit einer kapazitiven Erwärmung von Raumtemperatur bis zu hohen Temperaturen für anorganisch-nichtmetallische Werkstoffe, deren elektrische Leitfähigkeit bei der Arbeitsfrequenz die Forderung der Mindestleitfähigkeit im gesamten Temperaturbereich erfüllt. Unter Weiterführung der im Kapitel 8. vorgeschlagenen Maßnahmen ist es möglich, für geeignete Rohstoffe/Gemenge ein kapazitives Hochtemperaturverfahren aufzubauen und anzuwenden.

Literaturverzeichnis

- /1/ Spezialschmelzverfahren/ Hamann, B.-
Ilmenau: Techn. Hochschule, 1988.- 68S.
G4 - Bericht
- /2/ Pflichtenheft Spezialschmelzverfahren.-
Ilmenau: Techn. Hochschule, 1986.- 4S.
- /3/ Elektrische Industrieöfen mit Molybdänheizung/ Krall, F.;
Kieffer, R.- In: VDE - Fachberichte.-
Düsseldorf 11 (1932).- S.107 - 112
- /4/ Hochtemperaturöfen in Labor und Betrieb/ Fehse, W.-
Braunschweig: Vieweg & Sohn, 1965.- S.21 - 36
- /5/ Elektrische Öfen und Heizleiter aus Wolfram/ Fehse, W.-
Braunschweig: Vieweg & Sohn, 1934.- 64 S.
- /6/ Einfacher Laboratoriumsofen für Temperaturen bis 3000 °C/
Hinz, I.; Brückner, R.- In: Elektrowärme.-
Essen 18 (1968) 5.- S. 166 - 169
- /7/ Tamman, N.- In: Z. anorg. allgem. Chemie.-
Leipzig 42 (1904).- S. 354
- /8/ Verbesserung am Kohlegießofen/ Frisch, E.-
In: Silikattechn.- Berlin 8 (1955) 9.- S. 179 - 182
- /9/ How to build a graphite furnace/ Almond, L.R.;
Albrecht, W.L.- In: Chem. Eng.- New York 62 (1955) 9.-
S. 179 - 182
- /10/ Prospekt EW-C 1.3: Kammerofen KS 120/ Heraeus.-
Hanau, 1983
- /11/ Synthesis and crystal growth of refractory materials by
RF melting/ Aleksandrov, V.I.; Osiko, V.V.;
Prokhorov, A.M.- In: Current topics in material science/
Hrsg.: Kaldis, E.- Amsterdam: Academic Press, 1978.-
S. 421 - 480
- /12/ Kalter Tiegel für das Erschmelzen und die Kristallisation
nichtmetallischer anorganischer Verbindungen.-
EP 12 86 00.- 03.05.1984
- /13/ Continuous skroll-melting of glass/ Meermann, W.C.;
van Roy, T.L.; Voss, H.C.- In: Philips Techn. Rev.-
Eindhoven 42 (1985) 3.- S. 93 - 96
- /14/ Elektrotechnologie/ Hrsg.: Krampitz, R.; Conrad, H.-
Berlin: Verlag Technik, 1983.- S. 116 - 130
- /15/ Dielektrische Erwärmung bei 12 cm Wellenlänge/
Frieser, A.- In: Nachrichtentechn.- Berlin 9 (1959) 11.-
S. 512 - 514

- /16/ Varka stekla v elektricheskom pole vysokojj chastoti/
Wargin, W.W.; Poduschko, E.W.- In: Steklo i keramika.-
Moskva 15 (1958) 6.- S. 16 - 19
- /17/ Ofen zum Schmelzen und Läutern von Glas oder ähnlichen
silikatischen Stoffen.- DD 239 780.- 01.08.1985
- /18/ Werkstoffe für die Elektrotechnik/ Fasching, G.-
Wien: Springer-Verlag, 1984.- S. 458 - 471
- /19/ Dynamische Langevine - Theorie/ Gruber, H.- s.l.,
unveröffentlicht
- /20/ Cole, K.S.; Cole, R.H.- In: J. Chem. Phys.-
Lancaster 9 (1941).- S. 341
- /21/ Keramische Isolierstoffe bei hohen Temperaturen/
Beldi, Fr.- In: BBC Mitt.- Baden 30 (1943) 6.-
S. 248 - 249
- /22/ Physik der Kunststoffe/ Holzmüller, W.; Altenburg, K.-
Berlin: Akademie-Verlag, 1961.- 652 S.
- /23/ Das dielektrische Verhalten binärer Oxidgläser im
Mikrowellenbereich/ Amrhein, E.-M.- In: Glastechn. Ber.-
Frankfurt (Main) 36 (1963) 11.- S. 425 - 435
- /24/ Dielektrische Verluste des Glases/ Stevels, J.M.-
In: Glastechn. Ber.- Frankfurt (Main) 26 (1953) 11.-
S. 425 - 435
- /25/ Dielektricheskije svojstva opticheskogo kvarcevoego
stekla pri temperaturakh do 1500 °C diapazone
sverkhvysokikh chastot/ Polonski, J.A; Pavlova, G.A.-
In: Steklo i keramika.- Moskva 28 (1971) 7.- S. 31 - 34
- /26/ Messung der komplexen Dielektrizitätskonstanten von
Gläsern über einen breiten Temperaturbereich/ Schild, D.-
Ilmenau: Techn. Hochschule, 1981.- 136 S.
Dissertation A
- /27/ Dielectric materials and applications/ von Hippel, A.R.-
New York: Wiley & Sons, 1964.- 382 S.
- /28/ Werkstoffe für die Elektrotechnik und Elektronik/
Rocho, R.; Kuklinski, P; Krause, K.-
Leipzig: Dt. Verlag für Grundstoffindustrie, 1985.-
S. 305 - 321
- /29/ Spezialschmelzverfahren/ Hamann, B.; Winkler, V.-
Ilmenau: Techn. Hochschule, 1987.- 39 S.
G3-Bericht

- /30/ Festkörperdotierquellen/ Apel, H.; Hamann, B.; Hist, H.; Winkler, V.- In: 31. Intern. Wiss. Kolloquium TH Ilmenau.- B5 (1986) 4.- S. 75 - 78
- /31/ Phosphor-Quellscheibe/ Winkler, V.; Hamann, B.- Ilmenau: Techn. Hochschule, 1986.- S. 40 - 45
Bericht
- /32/ Erschmelzen von Gläsern mittels dielektrischer Erwärmung/ Winkler, K.-H.- Ilmenau: Techn. Hochschule, 1986.- 60 S.
Diplomarbeit
- /33/ Zur ferroelektrischen diffusen Phasenumwandlung in PLZT-Keramik, Bleimagnesiumniobat- und Strontiumbariumniobat-Einkristallen/ Borchardt, G.; von Cieminsky, J.- Halle: M.-Luther-Univers., Halle.- S. 80 - 95
Dissertation A
- /34/ Bestimmung der relativen Dielektrizitätskonstante und des dielektrischen Verlustfaktors/ TGL 200-0006.- 1968.- S.26
- /35/ Bestimmung der relativen Dielektrizitätskonstante und des dielektrischen Verlustfaktors/ TGL 32759/02.- 1985.- 4 S.
- /36/ Gerätebeschreibung Verlustfaktormessgerät Typ 1034/ Hrsg.: VEB Funkwerk Erfurt.- Erfurt, 1964.- S. 29 - 33
- /37/ Funkentstörung/ TGL 20885/15.- 1979.- 4 S.
- /38/ Temperaturmessung am Dielektrikum im Hochfrequenzfeld/ Lamberts, K.- In: Wiss. Abhandlungen der Phys.-Techn. Bundesanstalt.- Braunschweig 5 (1953) S. 177 - 198
- /39/ Taschenbuch Elektrotechnik, Bd. I, Grundlagen/ Hrsg.: Philippow, E.- Berlin: Verlag Technik, 1968.- S. 352, 353
- /40/ Handbuch für Hochfrequenz- und Elektrotechniker, Bd. II/ Hrsg.: Rindt, C.- Berlin: Verlag für Radio-Foto-Kino-Technik, 1969.- S. 438
- /41/ Taschenbuch der Hochfrequenztechnik/ Hrsg.: Meinke, H.; Gundlach, F.W.- Berlin, Heidelberg: Springer-Verlag, 1968.- S. 893 - 900
- /42/ Kurzwellenempfänger/ Lechner, D.- Berlin: Militärverlag, 1975.- S. 197 - 199
- /43/ Primenenie tokov vysokov chastoti pri svarke stekla/ Tschuschov, W.A.; Schamaev, J.M.- In: Promishlenoe primenenie tokov vysokov chastoti.- Riga: Latglawisdata, 1957.- S. 356 - 360

- /44/ Probleme der modernen Glasschmelz- und Verarbeitungstechnologie/ Stanek, J.- In: Silikattechn.- Berlin 25 (1974) 10.- S. 338
- /45/ Oxide ceramics/ Ryshkewitch, E.- New York, London: Academic Press, 1970.- S. 172 - 175
- /46/ Novyii metod poluchenija tugoplavkikh monokristallov i plalenykh keramicheskikh materialov/ Aleksandrov, V.I.; Osiko, V.V., Prokhorov, A.M.- In: Vestnik AN SSSR.- Moskva 43 (1973) 12.- S. 31
- /47/ Optimierung von Sensoren zur Präzisionsoberflächen-temperaturmessung/ Tschach, F.; Bartzsch, H.-W.- In: 28. Intern. Wiss. Kolloquium TH Ilmenau.- B1/B2 (1983) 3.- S. 97 - 99
- /48/ Wärmetransport für Gerätetechniker/ Just, E.- Ilmenau: Techn. Hochschule, 1985.- 60 S.
- /49/ Wärmeübertragung/ van Leyden, D.- Berlin, München: Siemens, 1971.- S. 268 - 270
- /50/ Tabellenbuch Metall/ Beyrodt, G.- Berlin: Verlag Technik, 1965.- S. 89
- /51/ HF-Erwärmung von Isolierstoffen und keramischen Körpern/ Holzmüller, W.- In: Nachrichtentechn.- Berlin 4 (1954) 10.- S. 418 - 421
- /52/ Powder Diffraction File, Alphabetical index inorganic materials 1979.- Park Cane, Swarthmore, Pennsylvania: Hrsg.: JOPDS, 1981
- /53/ Beitrag zur Leistungs- und Frequenzregelung selbsterregter einstufiger HF-Industriegeneratoren/ Preisler, H.- Clausthal-Zellerfeld: Techn. Univers., 1974.- 116 S.- Dissertation A
- /54/ Zur Entwicklung und Charakterisierung bioaktiver Implantatmaterialien auf der Basis calciumphosphathaltiger Werkstoffe/ Berger, G.- Berlin: ZIAC, 1984 Dissertation B

Anlage 1: Meßwerte Biovitrokeramikgemenge

Unbehandeltes BVK-Gemenge (Dichte $\rho = 1,55 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$)

Tab. A 1a Meßwerte von Probenkapazität C_p und Wirkwiderstand R_p sowie Dielektrizitätszahl und Verlustfaktor

Frequ. (Hz)	C_p (pF)	C_o (pF)	ϵ'_r	R_p (k Ω)	$\tan \delta$
10^3	22,3	4,61	4,83	2970	0,241
10^4	18,0	4,61	3,89	7370	0,122
10^5	16,3	4,61	3,52	1950	$4,99 \cdot 10^{-2}$
10^6	15,6	4,61	3,38	410	$2,52 \cdot 10^{-2}$
(Dichte $\rho = 1,03 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$)					
10^9			2,96		$7,61 \cdot 10^{-3}$
$2,5 \cdot 10^9$			2,86		$6,22 \cdot 10^{-3}$

Tab. A 1b Meßwerte der Probenkapazität C_p im Frequenzbereich 10 ... 100 MHz

Meßwert	10 MHz (pF)	27 MHz (pF)	50 MHz (pF)	100 MHz (pF)	C_o (pF)
C_{p1}	15,2	15,1	15,0	14,7	4,61
C_{pk1}	15,2	15,1	14,9	14,1	
C_{p2}	18,4	18,3	18,1	17,8	5,56
C_{pk2}	18,4	18,3	17,9	16,9	
C_{p3}	24,3	24,3	24,0	23,7	7,42
C_{pk3}	24,3	24,2	23,5	22,8	
ϵ'_{11}	3,29	3,27	3,23	3,06	
ϵ'_{12}	3,30	3,29	3,22	3,04	
ϵ'_{13}	3,27	3,26	3,23	3,07	
ϵ'_{1r}	$3,29 \pm 0,22$	$3,28 \pm 0,22$	$3,23 \pm 0,22$	$3,06 \pm 0,22$	
ϵ'_{1r}	$3,29 \pm 6,9 \%$	$3,28 \pm 6,9 \%$	$3,23 \pm 6,8 \%$	$3,06 \pm 7,1 \%$	

C_{pk} - Kapazität des Probekörpers zuzüglich Korrekturen des Meßgeräteherstellers

Tab. A 1c Meßwerte des Wirkwiderstandes R_p von unbehandel-
ten BVK-Gemenge im Frequenzbereich 10 ... 100 MHz

Meß- wert	10 MHz (k Ω)	27 MHz (k Ω)	50 MHz (k Ω)	100 MHz (k Ω)
R_{p1} R_{pk1}	58,2 58,2	24,4 24,4	17,7 17,6	9,84 9,18
R_{p2} R_{pk2}	48,5 58,2	20,4 20,4	14,9 14,8	8,25 7,88
R_{p3} R_{pk3}	37,1 37,1	15,3 15,3	11,1 11,1	6,15 6,14
$\tan \delta_1$	0,0180	0,0160	0,0122	0,0120
$\tan \delta_2$	0,0178	0,0158	0,0120	0,0119
$\tan \delta_3$	0,0176	0,0159	0,0122	0,0114
$\tan \delta^*$ (10^{-2})	(1,78 \pm 0,20)	(1,59 \pm 0,18)	(1,21 \pm 0,14)	(1,18 \pm 0,26)
$\tan \delta$	0,0178 \pm 11,2%	0,0159 \pm 11,3%	0,0121 \pm 11,6%	0,0118 \pm 21,6%

R_{pk} - Wirkwiderstand der Probe zuzüglich Korrekturen
des Meßgeräteherstellers

$\tan \delta^*$ - Verlustfaktor zuzüglich angegebenem Meßgerätefehler

Tab. A 2a Meßwerte in Abhängigkeit von der Temperatur

Frequ. (Hz)	Temp. (°C)	C_p (pF)	C_o (pF)	ϵ'_r	R_p (k Ω)	$\tan \delta$
10^6	25	15,6	4,61	3,38	410	$2,52 \cdot 10^{-2}$
	100	15,3		3,32	550	$1,89 \cdot 10^{-2}$
	150	15,5		3,36	365	$2,81 \cdot 10^{-2}$
	200	15,7		3,41	225	$4,47 \cdot 10^{-2}$
	250	16,7		3,62	120	$7,93 \cdot 10^{-2}$
	300	17,7		3,84	76,2	0,118
	350	19,3		4,19	62,5	0,132
	400	19,7		4,27	51,8	0,156
	450	20,1		4,36	48,3	0,164
10^5	450	20,2	4,61	4,38	345	0,228
10^4	450	20,6	4,61	4,47	2470	0,313
10^3	450	21,5	4,61	4,66	$1,2 \cdot 10^4$	0,607

Tab. A 2b Probenkapazität C_p bei 27 MHz in Abhängigkeit von der Temperatur

Temp. (°C)	$Co_1 = 4,61 \text{ pF}$		$Co_2 = 5,56 \text{ pF}$		ϵ'_r
	$C_{p1}(\text{pF})$	ϵ'_1	$C_{p2}(\text{pF})$	ϵ'_2	
25	15,1	3,27	18,3	3,29	3,28
100	15,1	3,27	18,3	3,29	3,28
150	15,2	3,30	18,3	3,29	3,29
200	15,4	3,34	18,4	3,31	3,32
250	16,0	3,47	19,0	3,42	3,44
300	16,7	3,62	19,6	3,52	3,57
250	17,2	3,73	20,3	3,65	3,69
400	18,0	3,90	21,0	3,78	3,84
450	19,4	4,21	22,5	4,07	4,14

Tab. A 2c Wirkwiderstand R_p bei 27 MHz in Abhängigkeit von der Temperatur

Temp. (°C)	R_{p1} (k Ω)	$\tan \delta_1$ (10^{-2})	R_{p2} (k Ω)	$\tan \delta_2$ (10^{-2})	$\tan \delta$ (10^{-2})
25	24,4	1,60	20,4	1,58	1,59
100	23,2	1,68	20,0	1,61	1,64
150	20,9	1,85	18,7	1,72	1,80
200	18,1	2,11	16,5	1,94	2,02
250	16,6	2,22	15,0	2,07	2,14
300	15,4	2,29	13,6	2,21	2,25
350	13,1	2,62	11,6	2,50	2,56
400	10,5	3,12	9,2	28,5	2,98
450	6,3	4,82	5,9	4,44	4,63

Vorbehandeltes BVK-Gemenge (Dichte $\rho = 1,98 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$)

Tab. A 3a Meßwerte von Probenkapazität C_p und Wirkwiderstand R_p sowie Dielektrizitätszahl und Verlustfaktor

Frequ. (Hz)	C_p (pF)	Co (pF)	ϵ'_r	R_p (k Ω)	$\tan \delta$
10^3	22,7	4,87	4,66	$8,44 \cdot 10^3$	$8,31 \cdot 10^{-2}$
10^4	21,8	4,87	4,47	$20,9 \cdot 10^3$	$3,49 \cdot 10^{-2}$
10^5	21,4	4,87	4,39	4650	$1,62 \cdot 10^{-2}$
10^6	21,3	4,87	4,37	1668	$4,48 \cdot 10^{-3}$
(Dichte $\rho = 1,16 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$)					
10^9			2,58		$2,02 \cdot 10^{-3}$
$2,5 \cdot 10^9$			2,59		$2,02 \cdot 10^{-3}$

Tab. A 3b Meßwerte der Probekapazität C_P von unbehandeltem BVK-Gemenge im Frequenzbereich 10 ... 100 MHz

Meßwert	10 MHz (pF)	27 MHz (pF)	50 MHz (pF)	100 MHz (pF)	C_0 (pF)
C_{P1} C_{Pk1}	17,6 17,6	17,4 17,4	17,1 16,9	17,0 16,3	4,87
C_{P2} C_{Pk2}	19,9 19,9	19,6 19,6	19,4 19,2	19,2 18,2	5,50
C_{P3} C_{Pk3}	26,7 26,7	26,2 26,2	26,0 25,5	25,7 24,0	7,42
ϵ'_1 ϵ'_2 ϵ'_3	3,61 3,61 3,60	3,57 3,56 3,53	3,51 3,49 3,44	3,35 3,31 3,23	
ϵ'_r ϵ'_r	$3,61 \pm 0,21$ $3,61 \pm 5,8 \%$	$3,55 \pm 0,21$ $3,55 \pm 5,9 \%$	$3,48 \pm 0,21$ $3,48 \pm 6,0 \%$	$3,30 \pm 0,21$ $3,30 \pm 6,3 \%$	

Tab. A 3c Meßwerte des Wirkwiderstandes R_P im Frequenzbereich 10 ... 100 MHz

Meßwert	10 MHz (k Ω)	27 MHz (k Ω)	50 MHz (k Ω)	100 MHz (k Ω)
R_{P1} R_{Pk1}	192 192	146 146	72,8 74,2	49,0 47,8
R_{P2} R_{Pk2}	161 161	128 128	63,7 65,0	43,1 42,5
R_{P3} R_{Pk3}	121 121	96 96	47,9 47,6	32,3 32,9
$\tan \delta_1$ $\tan \delta_2$ $\tan \delta_3$	$4,71 \cdot 10^{-3}$ $4,97 \cdot 10^{-3}$ $4,93 \cdot 10^{-3}$	$2,32 \cdot 10^{-3}$ $2,35 \cdot 10^{-3}$ $2,34 \cdot 10^{-3}$	$2,54 \cdot 10^{-3}$ $2,55 \cdot 10^{-3}$ $2,62 \cdot 10^{-3}$	$2,04 \cdot 10^{-3}$ $2,03 \cdot 10^{-3}$ $2,02 \cdot 10^{-3}$
$\tan \delta^*$ (10^{-3}) $\tan \delta^*$	$(4,87 \pm 0,68)$ $4,87 \cdot 10^{-3}$ $\pm 13,9 \%$	$(2,34 \pm 0,43)$ $2,34 \cdot 10^{-3}$ $\pm 18,4 \%$	$(2,57 \pm 0,46)$ $2,57 \cdot 10^{-3}$ $\pm 17,9 \%$	$(2,03 \pm 0,60)$ $2,03 \cdot 10^{-3}$ $\pm 28,8 \%$

Tab. A 4a Meßwerte in Abhängigkeit von der Temperatur

Frequ. (Hz)	Temp. (°C)	C _p (pF)	C _o (pF)	ε' _r	R _p (kΩ)	tan δ
10 ⁶	25	21,3	4,87	4,37	1668	4,48·10 ⁻³
	100	21,0		4,31	1182	6,41·10 ⁻³
	150	21,1		4,33	510	1,48·10 ⁻²
	200	21,2		4,35	444	1,69·10 ⁻²
	250	21,5		4,41	370	2,00·10 ⁻²
	300	22,1		4,54	54,6	0,132
	350	25,6		5,26	24,0	0,259
	400	34,2		7,02	16,2	0,288
	450	48,2		9,90	7,4	0,448
10 ⁵	450	82,3	4,87	16,90	14,3	1,348
10 ⁴	450	162,6	4,87	33,39	19,5	5,021
10 ³	450	392,0	4,87	80,49	20,2	20,066

Tab. A 4b Probenkapazität C_p bei 27 MHz in Abhängigkeit der Temperatur

Temp. (°C)	C _{o1} = 4,87 pF		C _{o2} = 5,50 pF		ε' _r
	C _{p1} (pF)	ε' ₁	C _{p2} (pF)	ε' ₂	
25	17,4	3,57	19,6	3,56	3,56
100	17,4	3,57	19,7	3,58	3,57
150	17,5	3,60	19,8	3,60	3,60
200	17,8	3,65	20,2	3,67	3,66
250	18,0	3,70	20,5	3,73	3,71
300	18,3	3,76	20,8	3,78	3,77
350	19,0	3,90	21,3	3,87	3,88
400	19,7	4,04	22,5	4,09	4,06
450	20,7	4,25	23,5	4,27	4,26

Tab. A 4c Wirkwiderstand R_p bei 27 MHz in Abhängigkeit von der Temperatur

Temp. (°C)	R _{p1} (kΩ)	tan δ ₁	R _{p2} (kΩ)	tan δ ₂	tan δ
25	146	2,32·10 ⁻³	128	2,35·10 ⁻³	2,33·10 ⁻³
100	95,7	3,54·10 ⁻³	85,7	3,49·10 ⁻³	3,51·10 ⁻³
150	71,9	4,68·10 ⁻³	64,6	4,61·10 ⁻³	4,64·10 ⁻³
200	40,5	8,17·10 ⁻³	36,0	7,98·10 ⁻¹	8,07·10 ⁻³
250	31,8	1,03·10 ⁻²	28,7	1,00·10 ⁻²	1,01·10 ⁻²
300	17,5	1,84·10 ⁻²	16,3	1,74·10 ⁻²	1,79·10 ⁻²
350	10,4	2,99·10 ⁻²	9,54	2,90·10 ⁻²	2,94·10 ⁻²
400	5,08	5,88·10 ⁻²	4,53	5,78·10 ⁻²	5,83·10 ⁻²
450	3,12	9,14·10 ⁻²	2,77	9,04·10 ⁻²	9,09·10 ⁻²

Anlage 2: Meßwerte Substratglasgemenge

Unbehandeltes SM0-Gemenge (Dichte $\rho = 1,42 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$)

Tab. A 5a Meßwerte von Probenkapazität C_p und Wirkwiderstand R_p sowie Dielektrizitätszahl und Verlustfaktor

Frequ. (Hz)	C_p (pF)	C_o (pF)	ϵ'_r	R_p (k Ω)	$\tan \delta$
10^3	27,2	5,30	5,13	$67,3 \cdot 10^3$	$8,7 \cdot 10^{-2}$
10^4	25,5	5,30	4,82	$12,5 \cdot 10^3$	$5,0 \cdot 10^{-2}$
10^5	24,6	5,30	6,64	1670	$3,9 \cdot 10^{-2}$
10^9	(Dichte $\rho = 0,879 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$)				$1,9 \cdot 10^{-2}$
$2,5 \cdot 10^9$			3,18		$1,0 \cdot 10^{-2}$

Tab. A 5b Meßwerte der Probenkapazität C_p im Frequenzbereich von 10 ... 100 MHz

Meßwert	10 MHz (pF)	27 MHz (pF)	50 MHz (pF)	100 MHz (pF)	C_o (pF)
C_{p1}	13,7	13,6	13,3	12,8	3,97
C_{pk1}	13,7	13,6	13,2	12,5	
C_{p2}	18,2	18,2	17,7	16,9	5,30
C_{pk2}	18,2	18,2	17,5	16,6	
C_{p3}	24,7	24,8	24,1	23,6	7,21
C_{pk3}	24,7	24,8	23,7	22,0	
ϵ'_{11}	3,45	2,43	3,32	3,15	
ϵ'_{22}	3,43	3,43	3,30	3,13	
ϵ'_{33}	3,43	3,44	3,28	3,05	
ϵ'_{rr}	$3,44 \pm 0,23$	$3,43 \pm 0,20$	$3,30 \pm 0,23$	$3,11 \pm 0,22$	
ϵ''_{rr}	$3,44 \pm 6,6 \%$	$3,43 \pm 6,6 \%$	$3,30 \pm 6,9 \%$	$3,11 \pm 7,2 \%$	

Tab.A 5c Meßwerte des Wirkwiderstandes R_p von unbehandeltem SM0-Gemenge im Frequenzbereich 10 ... 100 MHz

Meßwert	10 MHz (k Ω)	27 MHz (k Ω)	50 MHz (k Ω)	100 MHz (k Ω)
R_{p1} R_{pk1}	50,7 50,7	17,4 17,4	7,10 6,92	3,03 2,83
R_{p2} R_{pk2}	27,9 37,9	12,9 12,8	5,19 5,13	2,23 2,13
R_{p3} R_{pk3}	27,6 27,6	10,3 10,3	3,80 3,82	1,65 1,65
$\tan \delta_1$ $\tan \delta_2$ $\tan \delta_3$	$2,29 \cdot 10^{-2}$ $2,31 \cdot 10^{-2}$ $2,33 \cdot 10^{-2}$	$2,49 \cdot 10^{-2}$ $2,51 \cdot 10^{-2}$ $2,31 \cdot 10^{-2}$	$3,48 \cdot 10^{-2}$ $3,67 \cdot 10^{-2}$ $3,52 \cdot 10^{-2}$	$4,50 \cdot 10^{-2}$ $4,50 \cdot 10^{-2}$ $4,39 \cdot 10^{-2}$
$\tan \delta^*$ (10^{-2}) $\tan \delta$	($2,31 \pm 0,25$) $2,31 \cdot 10^{-2}$ $\pm 10,9 \%$	($2,44 \pm 0,27$) $2,44 \cdot 10^{-2}$ $\pm 10,8 \%$	($3,56 \pm 0,38$) $3,56 \cdot 10^{-2}$ $\pm 10,5 \%$	($4,47 \pm 0,91$) $4,47 \cdot 10^{-2}$ $\pm 20,5 \%$

Tab. A 6a Meßwerte in Abhängigkeit von der Temperatur

Frequ. (Hz)	Temp. (°C)	C_p (pF)	C_o (pF)	ϵ'_r	R_p (k Ω)	$\tan \delta$
10^6	25	24,3	5,30	4,58	1555	$4,21 \cdot 10^{-3}$
	100	23,9		4,51	1283	$5,19 \cdot 10^{-3}$
	150	24,4		4,60	655	$1,00 \cdot 10^{-2}$
	200	25,5		4,82	257	$2,43 \cdot 10^{-2}$
	250	26,9		5,07	228	$2,60 \cdot 10^{-2}$
	300	24,6		6,64	239	$2,71 \cdot 10^{-2}$
	350	22,9		4,32	174	$4,00 \cdot 10^{-2}$
	400	24,2		4,57	61,5	0,107
10^5	450	25,5	5,30	4,81	34,5	0,181
	450	40,4		7,62	109	0,362
	450	69,1		13,04	312	0,738
10^4	450	138,5	5,30	26,13	602	1,909

Tab. A 6b Probenkapazität C_p bei 27 MHz in Abhängigkeit von der Temperatur

Temp. (°C)	$Co_1 = 3,97 \text{ pF}$		$Co_2 = 5,30 \text{ pF}$		ϵ'_r
	$C_{p1}(\text{pF})$	ϵ'_1	$C_{p2}(\text{pF})$	ϵ'_2	
25	13,6	3,43	18,2	3,43	3,43
100	13,6	3,43	18,3	3,45	3,44
150	13,7	3,45	18,3	3,45	3,45
200	13,8	3,48	18,4	3,47	3,47
250	13,8	3,48	18,5	3,49	3,48
300	14,0	3,52	18,5	3,49	3,50
250	14,3	3,60	18,6	3,51	3,55
400	14,6	3,68	18,8	3,55	3,61
450	14,8	3,73	19,2	3,62	3,67

Tab. A 6c Wirkwiderstand R_p bei 27 MHz in Abhängigkeit von der Temperatur

Temp. (°C)	R_{p1} (k Ω)	$\tan\delta_1$	R_{p2} (k Ω)	$\tan\delta_2$	$\tan\delta$
25	17,4	$2,49 \cdot 10^{-2}$	12,9	$2,51 \cdot 10^{-2}$	$2,50 \cdot 10^{-2}$
100	17,1	$2,53 \cdot 10^{-2}$	12,6	$2,56 \cdot 10^{-2}$	$2,54 \cdot 10^{-2}$
150	16,4	$2,63 \cdot 10^{-2}$	12,1	$2,66 \cdot 10^{-2}$	$2,64 \cdot 10^{-2}$
200	14,0	$3,04 \cdot 10^{-2}$	10,3	$3,11 \cdot 10^{-2}$	$3,07 \cdot 10^{-2}$
250	9,8	$4,37 \cdot 10^{-2}$	7,4	$4,31 \cdot 10^{-2}$	$4,34 \cdot 10^{-2}$
300	6,5	$6,43 \cdot 10^{-2}$	5,6	$5,69 \cdot 10^{-2}$	$6,06 \cdot 10^{-2}$
350	5,5	$7,52 \cdot 10^{-2}$	4,8	$6,60 \cdot 10^{-2}$	$7,06 \cdot 10^{-2}$
400	4,1	$9,77 \cdot 10^{-2}$	3,5	$8,96 \cdot 10^{-2}$	$9,36 \cdot 10^{-2}$
450	3,1	0,130	2,4	0,128	0,129

Vorbehandeltes SM0-Gemenge (Dichte $\rho = 1,62 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$)

Tab. A 7a Meßwerte von Probenkapazität C_p und Wirkwiderstand R_p sowie Dielektrizitätszahl und Verlustfaktor

Frequ. (Hz)	C_p (pF)	Co (pF)	ϵ'_r	R_p (k Ω)	$\tan\delta$
10^3	27,7	5,89	4,70	$70,1 \cdot 10^3$	$8,2 \cdot 10^{-2}$
10^4	27,4	5,89	4,65	$26,4 \cdot 10^3$	$2,2 \cdot 10^{-2}$
10^5	27,0	5,89	4,58	6550	$9,0 \cdot 10^{-3}$
10^6	26,7	5,89	4,53	...	$\dots \cdot 10^{-4}$
(Dichte $\rho = 0,78 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$)					
10^9			1,92		$2,3 \cdot 10^{-3}$
$2,5 \cdot 10^9$			1,83		$2,5 \cdot 10^{-3}$

Tab. A 7b Meßwerte der Probenkapazität C_p im Frequenzbereich 10 ... 100 MHz

Meßwert	10 MHz (pF)	27 MHz (pF)	50 MHz (pF)	100 MHz (pF)	C_o (pF)
C_{p1} C_{pk1}	15,5 15,5	15,2 15,2	15,0 14,8	14,8 14,2	4,84
C_{p2} C_{pk2}	18,7 18,7	18,3 18,3	18,0 17,8	17,9 17,0	5,85
C_{p3} C_{pk3}	22,1 22,1	21,8 21,8	21,5 21,2	21,3 20,1	6,96
ϵ'_1 ϵ'_2 ϵ'_3	3,20 3,20 3,17	3,14 3,13 3,13	3,06 3,04 3,05	2,93 2,91 2,89	
ϵ'_r ϵ_r	$3,19 \pm 0,21$ $3,19 \pm 6,4\%$	$3,13 \pm 0,21$ $3,13 \pm 6,6\%$	$3,05 \pm 0,21$ $3,05 \pm 6,7\%$	$2,91 \pm 0,20$ $2,91 \pm 6,9\%$	

Tab. A 7c Meßwerte des Wirkwiderstandes R_p im Frequenzbereich 10 ... 100 MHz

Meßwert	10 MHz (k Ω)	27 MHz (k Ω)	50 MHz (k Ω)	100 MHz (k Ω)
R_{p1} R_{pk1}	31,7 31,7	24,7 24,7	24,1 23,8	23,0 21,4
R_{p2} R_{pk2}	25,8 25,8	20,1 20,1	19,4 19,3	18,3 17,8
R_{p3} R_{pk3}	21,5 21,5	16,7 16,7	16,3 16,2	15,9 15,6
$\tan \delta_1$ $\tan \delta_2$ $\tan \delta_3$	$3,24 \cdot 10^{-2}$ $3,30 \cdot 10^{-2}$ $3,35 \cdot 10^{-2}$	$1,57 \cdot 10^{-2}$ $1,60 \cdot 10^{-2}$ $1,62 \cdot 10^{-2}$	$9,04 \cdot 10^{-3}$ $9,27 \cdot 10^{-3}$ $9,27 \cdot 10^{-3}$	$5,23 \cdot 10^{-3}$ $5,26 \cdot 10^{-3}$ $5,08 \cdot 10^{-3}$
$\tan \delta^*$ (10^{-2}) $\tan \delta$	$(3,30 \pm 0,35)$ $3,30 \cdot 10^{-2}$ $\pm 10,6\%$	$(1,60 \pm 0,18)$ $1,60 \cdot 10^{-2}$ $\pm 11,2\%$	$(0,92 \pm 0,11)$ $9,19 \cdot 10^{-3}$ $\pm 12,2\%$	$(0,52 \pm 0,13)$ $5,19 \cdot 10^{-3}$ $\pm 25,0\%$

Tab. A 8a Meßwerte in Abhängigkeit von der Temperatur

Frequ. (Hz)	Temp. (°C)	C _p (pF)	C _o (pF)	ε' _r	R _p (kΩ)	tan δ
10 ⁶	25	26,7	5,89	4,53	...	10 ⁻⁴
	100	26,5		4,50	...	10 ⁻⁴
	150	26,5		4,50	...	10 ⁻⁴
	200	26,5		4,50	6005	1,00.10 ⁻³
	250	26,7		4,53	271	2,20.10 ⁻²
	300	28,0		4,75	83,8	6,78.10 ⁻²
	350	28,4		4,82	56,9	9,84.10 ⁻²
	400	37,5		6,37	15,2	0,279
	450	28,7		4,87	34,7	0,160
10 ⁵	450	36,3	5,89	6,16	141	0,310
10 ⁴	450	56,6	5,89	9,61	345	0,816
10 ³	450	111,2	5,89	18,88	383	3,734

Tab. A 8b Probenkapazität bei 27 MHz in Abhängigkeit von der Temperatur

Temp. (°C)	C _{o1} = 4,84 pF		C _{o2} = 5,85 pF		ε' _r
	C _{p1} (pF)	ε' ₁	C _{p2} (pF)	ε' ₂	
25	15,2	3,14	18,3	3,13	3,13
100	15,0	3,10	18,2	3,11	3,10
150	14,4	2,97	17,9	3,06	3,01
200	14,3	2,95	17,6	3,01	2,98
250	14,1	2,91	17,2	2,94	2,92
300	14,5	3,00	17,4	2,97	2,98
350	14,6	3,02	17,8	3,04	3,03
400	14,7	3,04	17,9	3,06	3,05
450	14,8	3,06	18,0	3,08	3,07

Tab. A 8c Wirkwiderstand R_p bei 27 MHz in Abhängigkeit von der Temperatur

Temp. (°C)	R _{p1} (kΩ)	tan δ ₁	R _{p2} (kΩ)	tan δ ₂	tan δ
25	24,7	1,57.10 ⁻²	20,1	1,60.10 ⁻²	1,58.10 ⁻²
100	45,0	8,74.10 ⁻³	37,5	8,62.10 ⁻³	8,68.10 ⁻³
150	108,3	3,78.10 ⁻³	88,7	3,72.10 ⁻³	3,74.10 ⁻³
200	105,2	3,92.10 ⁻³	85,0	3,94.10 ⁻³	3,93.10 ⁻³
250	99,8	4,19.10 ⁻³	80,8	4,24.10 ⁻³	4,21.10 ⁻³
300	79,9	5,09.10 ⁻³	64,7	5,24.10 ⁻³	5,16.10 ⁻³
350	51,2	7,88.10 ⁻³	41,4	8,00.10 ⁻³	7,94.10 ⁻³
400	32,3	1,24.10 ⁻²	25,7	1,28.10 ⁻²	1,26.10 ⁻²
450	14,4	2,76.10 ⁻²	11,9	2,75.10 ⁻²	2,75.10 ⁻²

Anlage 3: Meßwerte Tricalciumphosphatgemenge

Unbehandeltes TCP-Gemenge (Dichte $\rho = 1,99 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$)

Tab. A 9a Meßwerte von Probenkapazität C_P und Wirkwiderstand R_P sowie Dielektrizitätszahl und Verlustfaktor

Frequ. (Hz)	C_P (pF)	C_0 (pF)	ϵ'_r	R_P (k Ω)	$\tan \delta$
10^3	10880	6,18	760	0,75	19,64
10^4	3350	6,18	542	4,36	1,09
10^5	1360	6,18	220	1,46	0,80
10^6	470	6,18	76	0,39	0,86
10^7	29,5	1,25	23,6	0,80	0,67
$2,7 \cdot 10^7$	38,9	1,25	23,1	0,65	0,31
$5,0 \cdot 10^7$	25,6	1,25	20,4	0,75	0,17
$7,5 \cdot 10^7$	24,3	1,25	19,8	0,80	0,11
10^8	22,8	1,25	18,2	0,70	0,10

Die Messungen im Frequenzbereich $10^7 \dots 10^8$ Hz erfolgten mit einer HF-Meßbrücke BM431E, da die Meßwerte außerhalb des Meßbereiches des Verlustfaktormessers Typ 1034 liegen. Messungen im Mikrowellenbereich konnten ebenfalls nicht ausgeführt werden.

Tab. A 10 Meßwerte in Abhängigkeit von der Temperatur

Frequ. (Hz)	Temp. (°C)	C_P (pF)	C_0 (pF)	ϵ'_r	R_P (k Ω)	$\tan \delta$
10^6	25	470	6,18	76,0	392	0,863
	100	435		70,4	368	0,995
	150	430		69,6	376	0,983
	200	375		60,7	205	2,072
	250	135		21,8	1455	0,810
	300	74,2		12,0	4273	0,502
	350	62,5		10,1	8751	0,291
	400	54,6		8,8	7552	0,386
	450	41,3		6,7	7136	0,540
10^5	450	64,0	6,18	10,4	22444	1,108
10^4	450	135	6,18	21,8	30669	3,844
10^3	450	275	6,18	44,5	32479	17,819

Vorbehandeltes TCP-Gemenge (Dichte $\rho = 1,64 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$)

Tab. A 11a Meßwerte aus Probenkapazität C_p und Wirkwiderstand R_p sowie Dielektrizitätszahl und Verlustfaktor

Frequ. (Hz)	C_p (pF)	C_o (pF)	ϵ'_r	R_p (k Ω)	$\tan \delta$
10^3	15,7	3,71	4,25	$127 \cdot 10^3$	$8,02 \cdot 10^{-2}$
10^4	15,4	3,71	4,16	$31 \cdot 10^3$	$3,31 \cdot 10^{-2}$
10^5	15,2	3,71	4,10	5510	$1,89 \cdot 10^{-2}$
10^6	14,7	3,71	3,96	3610	$3,04 \cdot 10^{-3}$
(Dichte $\rho = 1,07 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$)					
10^9			3,24		$1,52 \cdot 10^{-3}$
$2,5 \cdot 10^9$			3,14		$1,59 \cdot 10^{-3}$

Tab. A 11b Meßwerte der Probenkapazität C_p im Frequenzbereich 10 ... 100 MHz

Meßwert	10 MHz (pF)	27 MHz (pF)	50 MHz (pF)	100 MHz (pF)	C_o (pF)
C_{p1}	12,8	12,7	12,7	12,7	3,71
C_{pk1}	12,8	12,7	12,6	12,3	
C_{p2}	19,1	18,9	18,9	18,8	5,56
C_{pk2}	19,1	18,9	18,7	17,8	
C_{p3}	24,9	25,1	25,2	25,2	7,40
C_{pk3}	24,9	25,1	24,7	23,4	
ϵ'_1	3,44	3,42	3,29	3,31	
ϵ'_2	3,43	3,40	3,36	3,20	
ϵ'_3	3,36	3,39	3,34	3,16	
ϵ'_r	$3,41 \pm 0,23$	$3,40 \pm 0,23$	$3,36 \pm 0,23$	$3,22 \pm 0,23$	
ϵ''_r	$3,41 \pm 0,7\%$	$3,40 \pm 6,7\%$	$3,36 \pm 6,8\%$	$3,22 \pm 7,1\%$	

Tab. A 11c Meßwerte des Wirkwiderstandes R_p im Frequenzbereich 10 ... 100 MHz

Meßwert	10 MHz (kΩ)	27 MHz (kΩ)	50 MHz (kΩ)	100 MHz (kΩ)
R_{p1} R_{pk1}	1250 1250	226 226	166 164	64,5 60,2
R_{p2} R_{pk2}	835 835	162 162	116 116	44,5 43,3
R_{p3} R_{pk3}	630 630	114 114	57 57	33,4 33,3
$\tan\delta_1$ $\tan\delta_2$ $\tan\delta_3$	$9,95 \cdot 10^{-4}$ $9,98 \cdot 10^{-4}$ $1,01 \cdot 10^{-3}$	$2,05 \cdot 10^{-3}$ $1,92 \cdot 10^{-3}$ $2,06 \cdot 10^{-3}$	$1,54 \cdot 10^{-3}$ $1,47 \cdot 10^{-3}$ $2,26 \cdot 10^{-3}$	$2,15 \cdot 10^{-3}$ $2,06 \cdot 10^{-3}$ $2,04 \cdot 10^{-3}$
$\tan\delta^*$ (10^{-3}) $\tan\delta$	($1,00 \pm 0,30$) $1,00 \cdot 10^{-3}$ $\pm 33,3 \%$	($2,02 \pm 0,4$) $2,02 \cdot 10^{-3}$ $\pm 19,8 \%$	($1,76 \pm 0,4$) $1,76 \cdot 10^{-3}$ $\pm 22,7 \%$	($2,08 \pm 0,6$) $2,08 \cdot 10^{-3}$ $\pm 28,8 \%$

Tab. A 12a Meßwerte in Abhängigkeit von der Temperatur

Frequ. (Hz)	Temp. (°C)	C_p (pF)	C_o (pF)	ϵ'_r	R_p (kΩ)	$\tan\delta$
10^6	25	14,7	3,71	3,96	3610	$3,00 \cdot 10^{-3}$
	100	14,8		3,99	2380	$4,52 \cdot 10^{-3}$
	150	14,7		3,96	1615	$6,70 \cdot 10^{-3}$
	200	14,6		3,93	1240	$8,79 \cdot 10^{-3}$
	250	14,3		3,85	615	$1,81 \cdot 10^{-2}$
	300	14,2		3,83	420	$2,67 \cdot 10^{-2}$
	350	14,5		3,91	188	$5,85 \cdot 10^{-2}$
	400	15,7		4,23	72,4	0,140
10^5 10^4 10^3	450	18,7	3,71	5,04	38,2	0,223
	450	26,7		7,20	76,8	0,776
	450	46,9		12,64	235	1,449
	450	66,2		17,84	884	2,719

Tab. A 12b Probenkapazität C_p bei 27 MHz in Abhängigkeit von der Temperatur

Temp. (°C)	$C_{o1} = 3,71 \text{ pF}$		$C_{o2} = 5,56 \text{ pF}$		ϵ'_r
	$C_{p1}(\text{pF})$	ϵ'_1	$C_{p2}(\text{pF})$	ϵ'_2	
25	12,7	3,42	18,9	3,40	3,41
100	12,7	3,42	18,9	3,40	3,41
150	12,7	3,42	19,0	3,42	3,42
200	12,9	3,48	19,0	3,42	3,45
250	12,9	3,48	19,1	3,43	3,46
300	12,9	3,48	19,1	3,43	3,46
350	13,0	3,50	19,2	3,45	3,47
400	13,0	3,50	19,3	3,47	3,49
450	13,1	3,53	19,5	3,51	3,52

Tab. A 12c Wirkwiderstand R_p bei 27 MHz in Abhängigkeit von der Temperatur

Temp. (°C)	R_{p1} (k Ω)	$\tan \delta_1$	R_{p2} (k Ω)	$\tan \delta_2$	$\tan \delta$
25	226	$2,05 \cdot 10^{-3}$	162	$1,92 \cdot 10^{-3}$	$1,98 \cdot 10^{-3}$
100	224	$2,07 \cdot 10^{-3}$	160	$1,95 \cdot 10^{-3}$	$2,01 \cdot 10^{-3}$
150	215	$2,15 \cdot 10^{-3}$	153	$2,03 \cdot 10^{-3}$	$2,09 \cdot 10^{-3}$
200	188	$2,43 \cdot 10^{-3}$	128	$2,42 \cdot 10^{-3}$	$2,42 \cdot 10^{-3}$
250	135	$3,38 \cdot 10^{-3}$	86	$3,59 \cdot 10^{-3}$	$3,48 \cdot 10^{-3}$
300	87	$5,25 \cdot 10^{-3}$	61,7	$5,00 \cdot 10^{-3}$	$5,12 \cdot 10^{-3}$
350	79	$5,74 \cdot 10^{-3}$	49,2	$6,24 \cdot 10^{-3}$	$5,99 \cdot 10^{-3}$
400	42,6	$1,06 \cdot 10^{-2}$	31,3	$9,76 \cdot 10^{-3}$	$1,02 \cdot 10^{-2}$
450	33,7	$1,33 \cdot 10^{-2}$	21,6	$1,39 \cdot 10^{-2}$	$1,36 \cdot 10^{-2}$

Anlage 4: Meßwerte Borquellscheibengemenge

Unbehandeltes BQ-Gemenge (Dichte $\rho = 1,92 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$)

Tab. A 13a Meßwerte von Probenkapazität C_P und Wirkwiderstand R_P sowie Dielektrizitätszahl und Verlustfaktor

Frequ. (Hz)	C_P (pF)	C_0 (pF)	ϵ'_r	R_P (k Ω)	$\tan\delta$
10^3	22,4	2,95	7,59	$1,93 \cdot 10^3$	0,369
10^4	16,4	2,95	5,57	5360	0,181
10^5	13,4	2,95	4,54	$1,24 \cdot 10^3$	$9,55 \cdot 10^{-2}$
10^6	12,4	2,95	4,20	1760	$7,30 \cdot 10^{-3}$
(Dichte $\rho = 1,23 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$)					
10^9			3,59		$1,65 \cdot 10^{-2}$
$2,5 \cdot 10^9$			3,35		$1,07 \cdot 10^{-2}$

Tab. A 13b Meßwerte der Probenkapazität C_P im Frequenzbereich 10 ... 100 MHz

Meßwert	10 MHz (pF)	27 MHz (pF)	50 MHz (pF)	100 MHz (pF)	C_0 (pF)
C_{P1}	11,6	11,5	11,0	11,0	2,95
C_{Pk1}	11,6	11,5	10,9	10,7	
C_{P2}	20,1	20,0	19,1	19,8	5,12
C_{Pk2}	20,1	20,0	18,8	18,7	
C_{P3}	29,2	28,9	28,6	28,8	7,40
C_{Pk3}	29,2	28,9	28,0	26,9	
ϵ'_1	3,94	3,90	3,69	3,63	
ϵ'_2	3,93	3,91	3,67	3,88	
ϵ'_3	3,95	3,91	3,78	3,64	
ϵ'_r	$3,94 \pm 0,26$	$3,91 \pm 0,26$	$3,71 \pm 0,26$	$3,72 \pm 0,26$	
ϵ_r	$3,94 \pm 6,7 \%$	$3,91 \pm 6,7 \%$	$3,71 \pm 7,1 \%$	$3,72 \pm 7,0 \%$	

Tab. A 13c Meßwerte des Wirkwiderstandes R_p von unbehandeltem BQ-Gemenge im Frequenzbereich 10 ... 100 MHz

Meßwert	10 MHz (k Ω)	27 MHz (k Ω)	50 MHz (k Ω)	100 MHz (k Ω)
R_{p1} R_{pk1}	21,0 21,0	17,8 17,8	17,6 17,3	17,9 16,7
R_{p2} R_{pk2}	12,2 12,2	9,75 9,75	10,1 9,74	10,1 9,60
R_{p3} R_{pk3}	8,45 8,45	6,80 6,80	7,05 7,18	7,12 7,26
$\tan\delta_1$ $\tan\delta_2$ $\tan\delta_3$	$6,53 \cdot 10^{-2}$ $6,49 \cdot 10^{-2}$ $6,45 \cdot 10^{-2}$	$2,90 \cdot 10^{-2}$ $3,02 \cdot 10^{-2}$ $3,00 \cdot 10^{-2}$	$1,66 \cdot 10^{-2}$ $1,74 \cdot 10^{-2}$ $1,58 \cdot 10^{-2}$	$8,91 \cdot 10^{-3}$ $8,87 \cdot 10^{-3}$ $8,15 \cdot 10^{-3}$
$\tan\delta^*$ (10^{-2}) $\tan\delta$	($6,49 \pm 0,67$) $6,49 \cdot 10^{-2}$ $\pm 10,3 \%$	($2,97 \pm 0,32$) $2,97 \cdot 10^{-2}$ $\pm 10,7 \%$	($1,66 \pm 0,19$) $1,66 \cdot 10^{-2}$ $\pm 11,4 \%$	($0,86 \pm 0,19$) $8,64 \cdot 10^{-3}$ $\pm 22,0 \%$

Tab. A 14a Meßwerte in Abhängigkeit von der Temperatur

Frequ. (Hz)	Temp. (°C)	C_p (pF)	C_o (pF)	ϵ'_r	R_p (k Ω)	$\tan\delta$
10^6	25	12,4	2,95	4,20	1760	$7,30 \cdot 10^{-3}$
	100	12,4		4,20	1490	$8,61 \cdot 10^{-3}$
	150	12,5		4,24	745	$1,71 \cdot 10^{-2}$
	200	14,0		4,75	88,8	0,128
	250	11,4		3,86	2890	$4,83 \cdot 10^{-3}$
	300	10,7		3,63	3000	$4,95 \cdot 10^{-3}$
	350	10,6		3,59	945	$1,59 \cdot 10^{-2}$
	400	13,6		4,61	166	$7,06 \cdot 10^{-2}$
	450	13,7		4,64	128	$9,06 \cdot 10^{-2}$
10^5	450	16,5	2,95	5,59	765	0,126
10^4	450	14,3	2,95	4,85	8560	0,130
10^3	450	18,7	2,95	6,34	$4,6 \cdot 10^4$	0,185

Tab. A 14b Probenkapazität C_p bei 27 MHz in Abhängigkeit von der Temperatur

Temp. (°C)	$C_{o1} = 2,95 \text{ pF}$		$C_{o2} = 5,12 \text{ pF}$		ϵ'_r
	$C_{p1}(\text{pF})$	ϵ'_1	$C_{p2}(\text{pF})$	ϵ'_2	
25	11,5	3,90	20,0	3,91	3,90
100	11,5	3,90	19,8	3,87	3,88
150	11,4	3,86	19,7	3,85	3,85
200	11,4	3,86	19,5	3,81	3,83
250	11,7	3,97	20,9	4,08	4,02
300	11,9	4,03	21,2	4,14	4,08
350	12,3	4,17	21,9	4,28	4,22
400	12,8	4,34	22,7	4,43	4,38
450	13,4	4,54	23,7	4,63	4,58

Tab. A 14c Wirkwiderstand R_p bei 27 MHz in Abhängigkeit von der Temperatur

Temp. (°C)	R_{p1} (k Ω)	$\tan\delta_1$ (10^{-2})	R_{p2} (k Ω)	$\tan\delta_2$ (10^{-2})	$\tan\delta$ (10^{-2})
25	17,8	2,90	9,75	3,02	2,96
100	17,8	2,90	9,75	3,05	2,97
150	17,8	2,90	9,80	3,05	2,97
200	18,5	2,79	9,85	3,07	2,93
250	17,5	2,88	9,95	2,83	2,85
300	16,9	2,93	9,50	2,93	2,93
250	15,5	3,09	8,72	3,09	3,09
400	14,3	3,22	8,45	3,07	3,14
450	12,5	3,52	7,40	3,36	3,44

Vorbehandeltes BQ-Gemenge (Dichte $\rho = 2,13 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$)

Tab. A 15a Meßwerte von Probekapazität C_p und Wirkwiderstand R_p sowie Dielektrizitätszahl und Verlustfaktor

Frequ. (Hz)	C_p (pF)	C_o (pF)	ϵ'_r	R_p (k Ω)	$\tan\delta$
10^3	23,7	5,29	4,48	$41,7 \cdot 10^3$	0,161
10^4	21,6	5,29	4,08	$11,1 \cdot 10^3$	$6,62 \cdot 10^{-2}$
10^5	20,0	5,29	3,78	2535	$3,14 \cdot 10^{-2}$
10^6	19,6	5,29	3,70	2520	$3,22 \cdot 10^{-3}$
(Dichte $\rho = 1,08 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$)					
10^9			2,12		$1,57 \cdot 10^{-3}$
$2,5 \cdot 10^9$			2,07		$1,91 \cdot 10^{-3}$

Tabelle A 15b Meßwerte der Probenkapazität C_p im Frequenzbereich 10 ... 100 MHz

Meßwert	10 MHz (pF)	27 MHz (pF)	50 MHz (pF)	100 MHz (pF)	C_o (pF)
C_{p1} C_{pk1}	16,9 16,9	15,2 15,2	13,3 13,2	12,8 12,4	4,64
C_{p2} C_{pk2}	19,3 19,3	17,8 17,8	15,3 15,1	14,6 14,0	5,29
C_{p3} C_{pk3}	25,0 25,0	23,1 23,1	20,2 19,9	19,5 18,5	6,96
ϵ'_1 ϵ'_2 ϵ'_3	3,64 3,65 3,59	3,28 3,36 3,32	2,84 2,85 2,86	2,67 2,64 2,57	
ϵ'_r ϵ_r	$3,63 \pm 0,22$ $3,63 \pm 6,1 \%$	$3,32 \pm 0,21$ $3,32 \pm 6,3 \%$	$2,85 \pm 0,21$ $2,85 \pm 7,4 \%$	$2,63 \pm 0,21$ $2,63 \pm 8,0 \%$	

Tab. A 15c Meßwerte des Wirkwiderstandes R_p im Frequenzbereich 10 ... 100 MHz

Meßwert	10 MHz (k Ω)	27 MHz (k Ω)	50 MHz (k Ω)	100 MHz (k Ω)
R_{p1} R_{pk1}	1150 1150	380 380	231 229	80,2 74,8
R_{p2} R_{pk2}	1015 1015	326 326	205 205	69,9 67,7
R_{p3} R_{pk3}	785 785	258 258	156 156	55,3 55,2
$\tan \delta_1$ $\tan \delta_2$ $\tan \delta_3$	$8,19 \cdot 10^{-4}$ $8,12 \cdot 10^{-4}$ $8,11 \cdot 10^{-4}$	$1,02 \cdot 10^{-3}$ $1,02 \cdot 10^{-3}$ $9,89 \cdot 10^{-4}$	$1,05 \cdot 10^{-3}$ $1,03 \cdot 10^{-3}$ $1,02 \cdot 10^{-3}$	$1,72 \cdot 10^{-3}$ $1,68 \cdot 10^{-3}$ $1,56 \cdot 10^{-3}$
$\tan \delta^*$ (10^{-3}) $\tan \delta$	$(0,81 \pm 0,28)$ $8,14 \cdot 10^{-4}$ $\pm 34,6 \%$	$(1,01 \pm 0,30)$ $1,01 \cdot 10^{-3}$ $\pm 29,8 \%$	$(1,03 \pm 0,3)$ $1,03 \cdot 10^{-3}$ $\pm 29,4 \%$	$(1,65 \pm 0,53)$ $1,65 \cdot 10^{-3}$ $\pm 32,1 \%$

Tab. A 16a Meßwerte in Abhängigkeit von der Temperatur

Frequ. (Hz)	Temp. (°C)	C_p (pF)	C_o (pF)	ϵ'_r	R_p (k Ω)	$\tan \delta$
10^6	25	19,6	5,29	3,70	2520	$3,22 \cdot 10^{-3}$
	100	18,2		3,44	1700	$5,14 \cdot 10^{-3}$
	150	18,7		3,53	453	$1,88 \cdot 10^{-2}$
	200	16,1		3,04	$2 \cdot 10^5$	$\dots \cdot 10^{-4}$
	250	15,6		2,95	$1,02 \cdot 10^4$	$1,00 \cdot 10^{-3}$
	300	15,5		2,93	1370	$7,51 \cdot 10^{-3}$
	350	15,4		2,91	500	$2,06 \cdot 10^{-2}$
	400	15,6		2,95	276	$3,70 \cdot 10^{-2}$
	450	16,2		3,06	187	$5,26 \cdot 10^{-2}$
10^5	450	19,4	5,29	3,67	650	0,126
10^4	450	22,6	5,29	4,27	5420	0,130
10^3	450	33,2	5,29	6,27	$2,3 \cdot 10^4$	0,185

Tab. A 16b Probenkapazität C_p bei 27 MHz in Abhängigkeit von der Temperatur

Temp. (°C)	$C_{o1} = 4,64 \text{ pF}$		$C_{o2} = 5,29 \text{ pF}$		ϵ'_r
	$C_{p1}(\text{pF})$	ϵ'_{11}	$C_{p2}(\text{pF})$	ϵ'_{12}	
25	15,2	3,28	17,7	3,36	3,32
100	15,2	3,28	17,7	3,36	3,32
150	15,4	3,32	17,9	3,38	3,35
200	15,5	3,34	18,0	3,40	3,37
250	15,8	3,40	18,2	3,44	3,42
300	15,7	3,38	18,1	3,42	3,40
350	15,3	3,30	18,0	3,40	3,35
400	15,3	3,30	17,9	3,38	3,34
450	15,3	3,30	17,9	3,38	3,34

Tab. A 16c Wirkwiderstand R_p bei 27 MHz in Abhängigkeit von der Temperatur

Temp. (°C)	R_{p1} (k Ω)	$\tan \delta_1$ (10^{-3})	R_{p2} (k Ω)	$\tan \delta_2$ (10^{-3})	$\tan \delta$ (10^{-3})
25	380	1,02	326	1,02	1,02
100	375	1,03	326	1,02	1,03
150	365	1,05	317	1,04	1,05
200	334	1,14	292	1,12	1,13
250	274	1,36	249	1,30	1,33
300	324	1,16	280	1,16	1,16
350	357	1,08	306	1,07	1,07
400	292	1,32	253	1,30	1,31
450	273	1,41	239	1,38	1,39

Anlage 5: Meßwerte Phosphorquellscheibengemenge

Unbehandeltes PQ-Gemenge

Das PQ-Gemenge stellt im unbehandelten Zustand einen zähflüssigen Gemengebrei dar. Die elektrische Leitfähigkeit beträgt bei Raumtemperatur $\kappa_{G1} = 5,10 \cdot 10^{-2} \text{ S} \cdot \text{cm}^{-1}$.

Vorbehandelte PQ-Gemenge

Tab. A 17a Meßwerte und dielektrische Eigenschaften in Abhängigkeit von der Vorbehandlungstemperatur bei Raumtemperatur und 27 MHz

Temp. (°C)	C _p (pF)	C _o (pF)	ϵ'_r	R _p (kΩ)	tan δ
450 *	60,3	2,22	27,16	0,076	1,27
550	14,2	2,22	6,33	0,97 ⁺	0,43
600	13,2	2,22	5,95	2,97	0,15
650	12,0	2,22	5,36	6,64	0,074
700	9,5	2,22	4,27	17,30	0,035

* mittels BM 431 E

+ R_p < 1 kΩ (Wert geschätzt)

Tab. A 18a Meßwerte in Abhängigkeit von der Frequenz bei einer Vorbehandlungstemperatur von 600 °C;
 $\rho = 2,21 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$

Frequ. (Hz)	C _p (pF)	C _o (pF)	ϵ'_r	R _p (kΩ)	tan δ
10 ³	13,6	2,22	6,3	62 · 10 ³	0,189
10 ⁴	13,7	2,22	6,11	13,6 · 10 ³	8,53 · 10 ⁻²
10 ⁵	13,5	2,22	6,06	11,6 · 10 ³	1,02 · 10 ⁻²
10 ⁶	13,4	2,22	6,05	8025	1,48 · 10 ⁻³

Tab. A 18b Probenkapazität C_p im Frequenzbereich
10 ... 100 MHz bei einer Vorbehandlungstempe-
ratur von 600 °C; $\rho = 2,21 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$

Meß- wert	10 MHz (pF)	27 MHz (pF)	50 MHz (pF)	100 MHz (pF)	C_o (pF)
C_{p1} C_{pk1}	13,4 13,4	13,2 13,2	13,3 13,2	13,3 12,9	2,22
C_{p2} C_{pk2}	33,5 33,5	33,5 33,5	33,6 33,0	34,1 31,7	5,56
C_{p3} C_{pk3}	44,7 44,7	44,2 44,2	44,1 42,6	45,7 40,6	7,42
ϵ'_1 ϵ'_2 ϵ'_3	6,03 6,02 6,02	5,95 6,02 5,96	5,94 5,94 5,74	5,81 5,70 5,47	
ϵ'_r ϵ'_r	$6,02 \pm 0,32$ $6,02 \pm 5,2 \%$	$5,98 \pm 0,32$ $5,98 \pm 5,3 \%$	$5,87 \pm 0,31$ $5,87 \pm 5,3 \%$	$5,66 \pm 0,31$ $5,66 \pm 5,5 \%$	

Tab. A 18c Wirkwiderstand R_p im Frequenzbereich
10 ... 100 MHz bei einer Vorbehandlungstempe-
ratur von 600 °C; $\rho = 2,21 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$

Meß- wert	10 MHz (k Ω)	27 MHz (k Ω)	50 MHz (k Ω)	100 MHz (k Ω)
R_{p1} R_{pk1}	3,15 3,15	2,97 2,97	2,04 2,01	1,73 1,54
R_{p2} R_{pk2}	1,26 1,26	1,12 1,12	0,95 0,98	- -
R_{p3} R_{pk3}	0,95 0,95	- -	- -	- -
$\tan \delta_1$ $\tan \delta_2$ $\tan \delta_3$	0,377 0,377 0,375	0,150 0,157 -	0,120 0,098 -	$8,02 \cdot 10^{-2}$ - -
$\tan \delta^*$ $\tan \delta$	$0,376 \pm 0,038$ $0,376 \pm 10,1 \%$	$0,153 \pm 0,015$ $0,153 \pm 10,2 \%$	$0,109 \pm 0,011$ $0,109 \pm 10,2 \%$	$(8,02 \pm 1,6) \cdot 10^{-2}$ $8,02 \cdot 10^{-2} \pm 20,2 \%$

Tab. A 19a Meßwerte in Abhängigkeit von der Temperatur
bei einer Vorbehandlung von 600 °C

Frequ. (Hz)	Temp. (°C)	C _p (pF)	C _o (pF)	ε' _r	R _p (kΩ)	tan δ
10 ⁶	25	13,4	2,22	6,05	8025	1,48 · 10 ⁻³
	100	1,35		6,08	3355	3,51 · 10 ⁻³
	150	13,6		6,02	3170	3,69 · 10 ⁻³
	200	13,6		6,15	2925	4,00 · 10 ⁻³
	250	13,7		6,19	1115	1,04 · 10 ⁻²
	300	13,8		6,23	760	1,52 · 10 ⁻²
	350	14,0		6,32	334	3,40 · 10 ⁻²
	400	14,5		6,53	179	6,12 · 10 ⁻²
	450	15,2		6,23	87	0,120
10 ⁵	450	19,4	2,22	8,73	241	0,341
10 ⁴	450	27,2	2,22	12,25	813	0,720
10 ³	450	57,4	2,22	25,85	152	1,827

Tab. A 19b Probenkapazität C_p bei Abhängigkeit von
der Temperatur bei einer Vorbehandlung von 600 °C

Temp. (°C)	C _{o1} = 2,22 pF		C _{o2} = 5,56 pF		ε' _r
	C _{p1} (pF)	ε' ₁	C _{p2} (pF)	ε' ₂	
25	13,2	5,95	33,5	6,02	5,98
100	13,2	5,95	33,5	6,02	5,98
150	13,3	5,99	33,7	6,06	6,02
200	13,5	6,08	34,0	6,11	6,09
250	13,6	6,13	34,4	6,29	6,16
300	13,8	6,22	35,7	6,24	6,23
350	14,1	6,35	35,5	6,38	6,36
400	14,4	6,49	36,1	6,49	6,49
450	14,9	6,71	37,1	6,67	6,69

Tab. A 19c Wirkwiderstand R_p bei 27 MHz in Abhängig-
keit von der Temperatur bei einer Vorbehand-
lung von 600 °C

Temp. (°C)	R _{p1} (kΩ)	tan δ ₁	R _{p2} (kΩ)	tan δ ₂	tan δ
25	2,97	0,150	1,12	0,157	0,153
100	2,97	0,150	1,12	0,157	0,153
150	2,97	0,149	1,10	0,159	0,154
200	2,90	0,151	1,10	0,158	0,155
250	2,85	0,152	1,08	0,159	0,156
300	2,66	0,161	1,00	0,165	0,163
350	2,60	0,161	0,97	0,171	0,166
400	2,49	0,164	-	-	0,164
450	2,21	0,179	-	-	0,179

Tab. A 20a Meßwerte in Abhängigkeit von der Frequenz bei einer Vorbehandlungstemperatur von 700 °C;
 $\rho = 2,19 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$

Frequ. (Hz)	C _p (pF)	C _o (pF)	ϵ'_r	R _p (k Ω)	tan δ
10 ³	15,6	3,93	3,97	200.10 ³	5,10.10 ⁻²
10 ⁴	15,5	3,93	3,92	45.10 ³	2,29.10 ⁻²
10 ⁵	15,3	3,93	3,87	8,3.10 ³	1,26.10 ⁻²
10 ⁶	15,2	3,93	3,86 10 ⁻⁴
(Dichte $\rho = 1,97 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$)					
10 ⁹			3,14		1,14.10 ⁻²
2,5.10 ⁹			3,08		7,23.10 ⁻³

Tab. A 20b Meßwerte der Probenkapazität C_p von PQ-Gemenge, vorbehandelt bei 700 °C; $\rho = 2,19 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$

Meßwert	10 MHz (pF)	27 MHz (pF)	50 MHz (pF)	100 MHz (pF)	C _o (pF)
C _{p1} C _{pk1}	14,9 14,9	15,5 15,5	15,7 15,5	14,7 13,3	3,63
C _{p2} C _{pk2}	23,1 23,1	23,1 23,3	23,8 23,5	23,4 23,7	5,63
C _{p3} C _{pk3}	30,8 30,8	31,1 31,1	31,7 31,4	33,4 32,3	7,47
ϵ'_1 ϵ'_2 ϵ'_3	4,10 4,10 4,13	4,27 4,14 4,16	4,27 4,18 4,20	4,23 4,21 4,32	
ϵ'_r ϵ'_r	4,11 \pm 0,34 4,11 \pm 8,2 %	4,19 \pm 0,34 4,19 \pm 8,1 %	4,22 \pm 0,34 4,22 \pm 8,0 %	4,25 \pm 0,33 4,25 \pm 7,8 %	

Tab. A 20 c Meßwerte des Wirkwiderstandes R_p von PQ-Gemenge, vorbehandelt bei 700 °C; $\rho = 2,19 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$

Meßwert	10 MHz (k Ω)	27 MHz (k Ω)	50 MHz (k Ω)	100 MHz (k Ω)
R_{p1} R_{pk1}	58,2 58,2	11,9 11,9	6,40 6,29	4,72 4,36
R_{p2} R_{pk2}	35,5 35,5	7,9 7,9	4,05 4,04	3,95 3,68
R_{p3} R_{pk3}	19,4 19,4	5,9 5,9	2,49 2,49	1,66 1,67
$\tan \delta_1$ $\tan \delta_2$ $\tan \delta_3$	$2,02 \cdot 10^{-2}$ $2,12 \cdot 10^{-2}$ $2,18 \cdot 10^{-2}$	$3,51 \cdot 10^{-2}$ $3,48 \cdot 10^{-2}$ $2,59 \cdot 10^{-2}$	$3,58 \cdot 10^{-2}$ $3,65 \cdot 10^{-2}$ $3,30 \cdot 10^{-2}$	$2,61 \cdot 10^{-2}$ $2,41 \cdot 10^{-2}$ $2,39 \cdot 10^{-2}$
$\tan \delta^*$ (10^{-2}) $\tan \delta$	(2,11 \pm 0,23) $2,11 \cdot 10^{-2}$ $\pm 10,9 \%$	(3,19 \pm 0,34) $3,19 \cdot 10^{-2}$ $\pm 10,6 \%$	(3,56 \pm 0,38) $3,56 \cdot 10^{-2}$ $\pm 10,6 \%$	(2,48 \pm 0,51) $2,48 \cdot 10^{-2}$ $\pm 20,8 \%$

Tab. A 21a Meßwerte in Abhängigkeit von der Temperatur bei einer Vorbehandlung von 700 °C

Frequ. (Hz)	Temp. (°C)	C_p (pF)	C_o (pF)	ϵ'_r	R_p (k Ω)	$\tan \delta$
10^6	25	15,2	3,95	3,86	...	10^{-4}
	100	15,4		3,87	...	10^{-4}
	150	15,5		3,92	$12,8 \cdot 10^3$	$8 \cdot 10^{-4}$
	200	15,8		4,00	1439	$7,00 \cdot 10^{-3}$
	250	16,0		4,06	865	$1,15 \cdot 10^{-2}$
	300	16,3		4,14	472	$2,07 \cdot 10^{-2}$
	350	16,8		4,26	260	$3,64 \cdot 10^{-2}$
	400	17,4		4,40	147	$6,51 \cdot 10^{-2}$
	450	18,3		4,64	80,5	0,108
10^5	450	23,3	3,95	5,90	256	0,267
10^4	450	35,5	3,95	8,99	1164	0,385
10^3	450	58,1	3,95	14,70	4034	0,679

Tab. A21b Probenkapazität C_p bei 27 MHz in Abhängigkeit von der Temperatur bei Vorbehandlung von 700 °C

Temp. (°C)	$C_{o1} = 3,63 \text{ pF}$		$C_{o2} = 5,63 \text{ pF}$		ϵ'_r
	$C_{p1}(\text{pF})$	ϵ'_1	$C_{p2}(\text{pF})$	ϵ'_2	
25	15,5	4,27	16,3	23,3	4,21
100	15,5	4,27	16,3	23,3	4,21
150	15,5	4,27	16,3	23,3	4,21
200	15,5	4,27	16,3	13,3	4,21
250	15,5	4,27	16,4	23,5	4,22
300	15,5	4,27	16,4	23,5	4,22
350	15,6	4,31	16,4	23,5	4,24
400	15,8	4,35	16,5	23,7	4,28
450	16,0	4,41	16,8	24,1	4,35

Tab. A 21c Wirkwiderstand R_p bei 27 MHz in Abhängigkeit von der Temperatur bei 700 °C Vorbehandlung

Temp. (°C)	R_{p1} (k Ω)	$\tan \delta_1$ (10^{-2})	R_{p2} (k Ω)	$\tan \delta_2$ (10^{-2})	$\tan \delta$ (10^{-2})
25	11,9	3,51	10,4	7,90	3,50
100	11,9	3,51	10,3	7,82	3,51
150	11,9	3,51	10,3	7,82	3,51
200	11,8	3,52	10,2	7,74	3,52
250	11,1	3,72	9,41	7,14	3,77
300	9,32	4,42	8,22	6,24	4,39
350	8,86	4,58	7,92	6,01	4,56
400	8,43	4,79	7,68	5,83	4,72
450	7,41	5,39	6,85	5,20	5,25

250 VEB WTI Jena

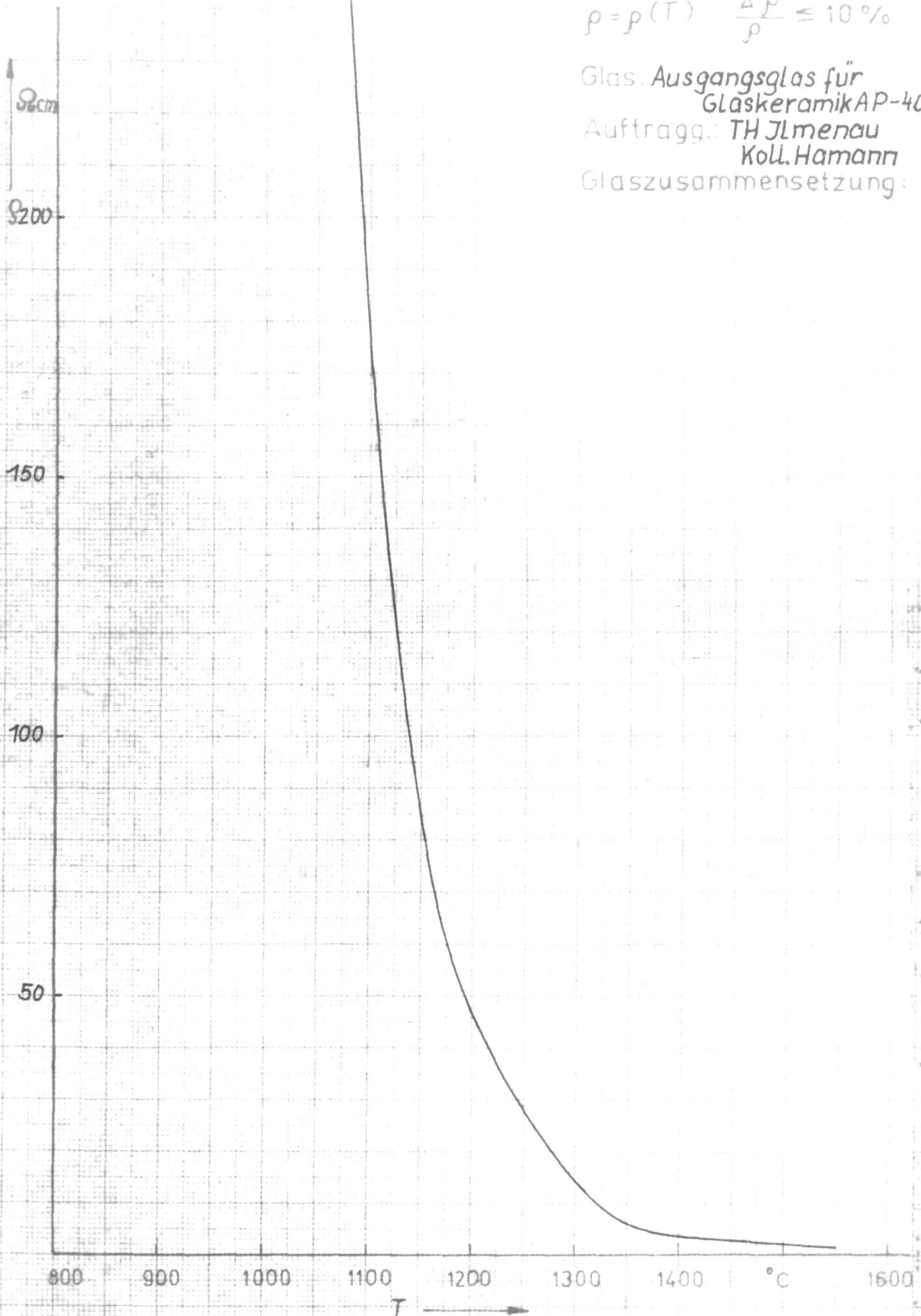
WA 31179 (D390)

$$\rho = \rho(T) \quad \frac{\Delta \rho}{\rho} \leq 10\%$$

Glas. Ausgangsglas für
Glaskeramik AP-40

Auftrag: TH Ilmenau
Koll. Hamann

Glaszusammensetzung:



WA 31179

Dat./gem.: 3.8.87/kank

Dat./gepr.: 22.5.87

U. G. H.

Abb. A1 Verlauf des spezifischen elektrischen Widerstandes einer Glas-schmelze aus Biovitrokeramikgemenge (in Abhängigkeit von der Temperatur)

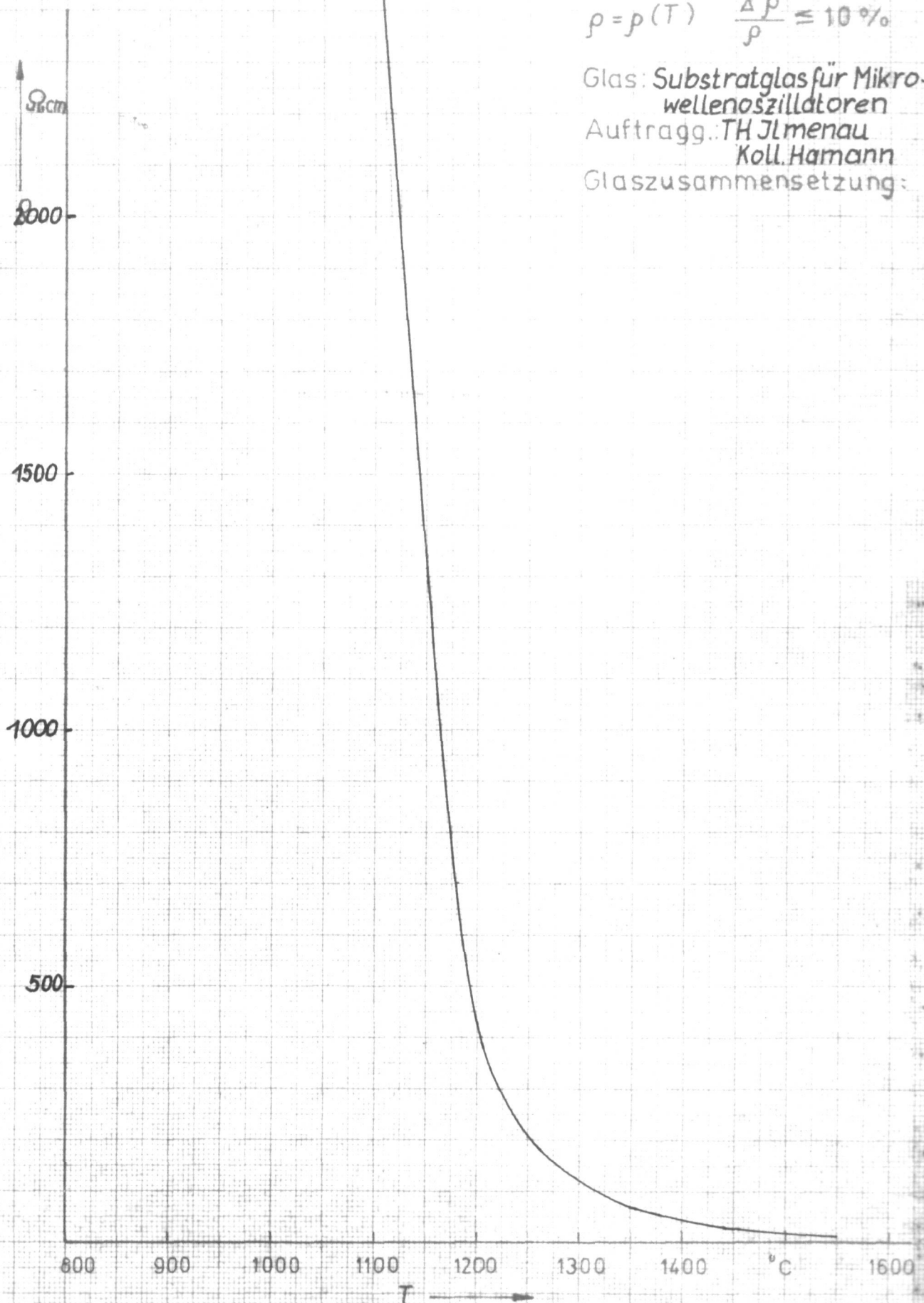
2500-VEB WTI Jena

WA 31179 (D389)

$$\rho = \rho(T) \quad \frac{\Delta \rho}{\rho} \leq 10\%$$

Glas: Substratglas für Mikro-
wellenoszillatorenAuftrag: TH J1 menau
Koll. Hamann

Glaszusammensetzung:



WA 31179

Dat./gem.: 22.7.82/Banker

Dat./gepr.: 22.9.87/Ambrat

Abb. A2 Verlauf des spezifischen elektrischen Widerstandes einer Glas-
schmelze aus Substratglasgemenge (in Abhängigkeit von der Temperatur)

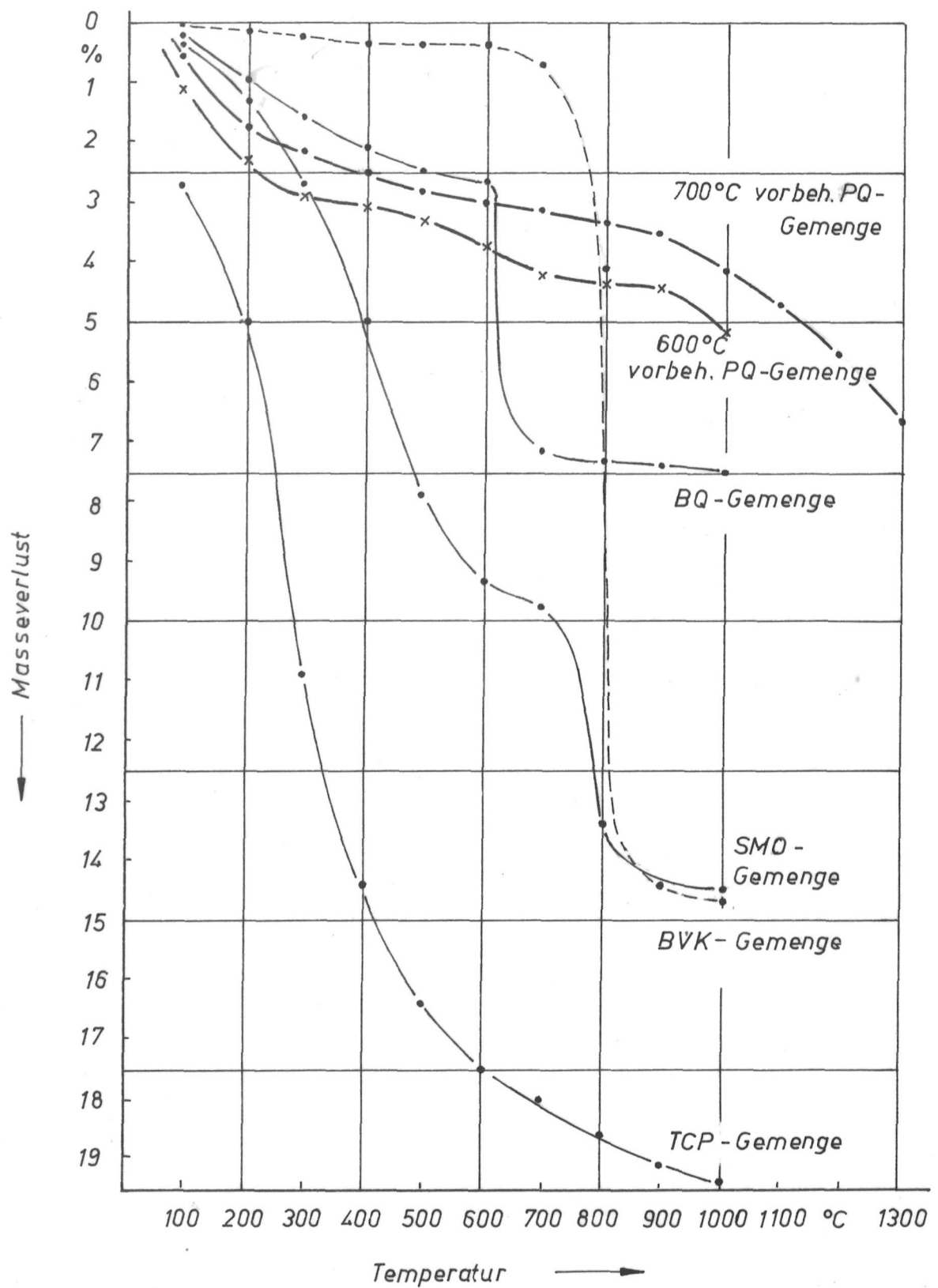
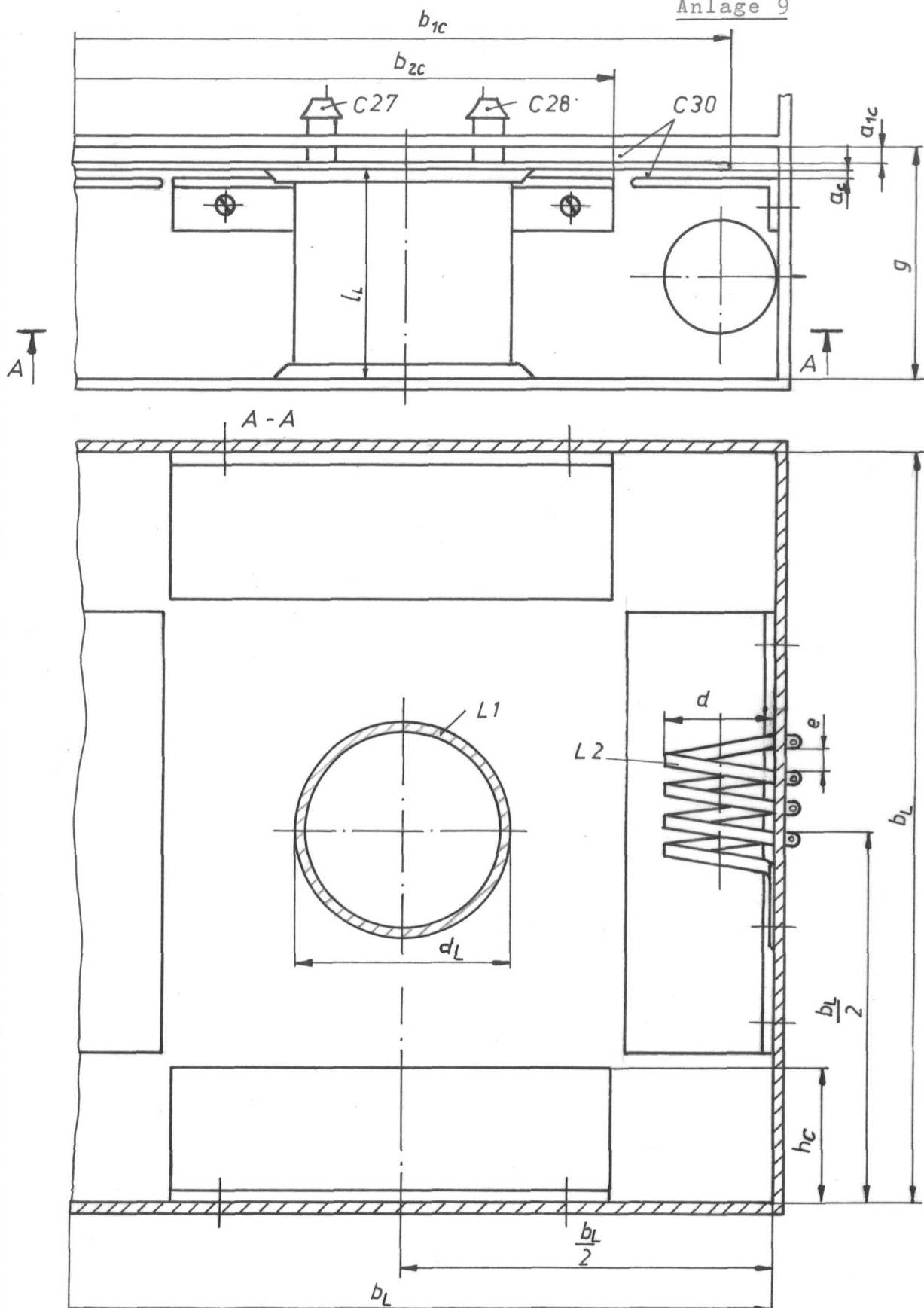


Abb. A3 Verlauf des Masseverlustes in Abhängigkeit von der Temperatur (TG) der untersuchten Gemente



C30: $a_C = 7,0 \text{ mm}$	L1: $b_L = 700,0 \text{ mm}$	L2: $d = 110 \text{ mm}$
$a_{1C} = 7,5 \text{ mm}$	$g = 227,0 \text{ mm}$	$e = 40 \text{ mm}$
$b_{1C} = 680,0 \text{ mm}$	$l_L = 216,0 \text{ mm}$	
$b_{2C} = 400,0 \text{ mm}$	$r_L = d_L/2 = 152,5 \text{ mm}$	

Abb. A4 Aufbau des Topfkreises (C30, L1) im HF-Leistungsteil

Erklärung

Ich erkläre, daß ich die vorliegende Arbeit selbstständig und nur unter Verwendung der angegebenen Literatur und Hilfsmittel angefertigt habe.

Ilmenau, den 14. März 1988

B. Hamann
- Hamann -

Beitrag zur Erzeugung hoher Temperaturen in anorganisch-
nichtmetallischen Stoffen durch kapazitive Hochtemperatur-
erwärmung

Thesen zur
D i s s e r t a t i o n
von Dipl.-Ing. Manfred Bernd Hamann

Eingereicht bei der Fakultät für
Technische Wissenschaften des
Wissenschaftlichen Rates
der Technischen Hochschule Ilmenau
zur Erlangung des akademischen Grades Dr.-Ing.

Ilmenau, den 14. März 1988

Zielstellung

Aus dem Einsatz und der ständigen Neuentwicklung von angepassten Werkstoffen (Sonderwerkstoffen) ergeben sich spezielle Anforderungen an ihre Herstellungsverfahren. Die konkreten herzustellenden Sonderwerkstoffe benötigen dazu Temperaturen im Bereich 1600...1650 °C.

Durch Schmelzen geeigneter Rohstoffe (Gemenge) entstehen Gläser der Systeme

- $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-CaO-MgO-CeCO}_2$ /1/,
- $\text{SiO}_2\text{-CaO-P}_2\text{O}_5\text{-CaF}_2\text{-Na}_2\text{O-MgO-K}_2\text{O}$ /1/ und
- $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-B}_2\text{O}_3\text{-MgO-BaO}$ /2/,

die durch gezielte Kristallisation in Werkstoffe für Substratscheiben für Mikrowellenoszillatoren (SMO), Biovitrokeramik (BVK) und Borquellscheiben (BQ) überführt werden. Weiterhin untersucht wurde das Gemenge der Phosphorquellscheibe (PQ), das nach erfolgter Schmelze ein polykristallines schmelzgegossenes Material des Systems

- $\text{P}_2\text{O}_5\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5\text{-SiO}_2\text{-La}_2\text{O}_3$ /3/

bildet. Durch Hochtemperaturglühen eines Tricalciumphosphatproduktes (TCP-Gemenge) entsteht in Abhängigkeit von Glüh-temperatur und -dauer die gewünschte α -Kristallphase des

- $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ /1/.

Die Anforderungen an das für die Schmelze und zur Festkörperreaktion zu entwickelnde Hochtemperaturverfahren werden folgende Anforderungen gestellt:

- Erreichung der notwendigen Arbeitstemperaturen bis 1650 °C entsprechend dem speziellen Gemenge
- Realisierung dieser Arbeitstemperatur bei möglichst hoher Aufheizgeschwindigkeit (zur Minimierung der Verdampfung flüchtiger Gemengebestandteile)
- Eignung für diskontinuierlichen Betrieb unter Beachtung einer Chargengröße bis ca. 500 g
- Vermeiden von Verunreinigungen

Die Analyse der existierenden und der gegenwärtig verfügbaren Erwärmungsverfahren zeigt, daß bei Anwendung eines dielektrischen HF-Erwärmungsverfahrens Möglichkeiten bestehen, die geforderte Zielstellung zu erreichen.

Kapazitive HF-Erwärmung

Theoretisch und auch praktisch als unliebsame Begleiterscheinung in der Hochspannungstechnik sind die dielektrischen Verluste als Ursache von Erwärmung und Wärmedurchschlägen bereits seit dem vorigen Jahrhundert bekannt. Mit der Entwicklung von HF-Leistungsgeneratoren für genügend hohe Frequenzen begann die industrielle Nutzung der dielektrischen HF-Erwärmung. Im allgemeinen müssen, um eine genügende Leistungskonzentration im Arbeitsgut zu erreichen, Frequenzen oberhalb 10 MHz zur Verfügung stehen. Entsprechend der Wahl der Arbeitsfrequenz unterteilt man in kapazitive Erwärmung ($f = 10 \dots 300$ MHz) und in Mikrowellenerwärmung ($f > 300$ MHz).

Im Mikrowellenbereich bedingen die Probleme der Zuführung und Einkopplung der HF-Energie in das Arbeitsgut den Einsatz von Strahleranordnungen oder Hohlraumresonatoren. Der dabei in das Arbeitsgut eindringende Teil des HF-Feldes wird entsprechend einer materialabhängigen Dämpfungskonstante abgeschwächt. In einem voluminösen Arbeitsgut sowie zur Realisierung eines großen Temperaturintervalls bietet die Mikrowellenerwärmung keine Voraussetzung für die angestrebte homogene Erwärmung.

Im Gegensatz dazu besteht bei Anwendung der kapazitiven Erwärmung die Möglichkeit, das Arbeitsgut im annähernd homogenen Feld eines Plattenkondensators zu erwärmen. Im Arbeitsgut mit der relativen Dielektrizitätszahl ϵ'_r , dem Verlustfaktor $\tan \delta$, der Fläche A und der Höhe h des Kondensator wird bei angelegter sinusförmiger Wechselspannung der Frequenz f eine elektrische Leistung entsprechend (1) umzusetzen.

$$P = 2U^2 \pi f \epsilon_0 \epsilon'_r \tan \delta A/h \quad (1)$$

Die spezifische Leistung (Leistungsumsatz) berechnet sich nach (2).

$$p = 2E^2 \pi f \epsilon_0 \epsilon'_r \tan \delta \quad (2)$$

Aus den Gleichungen (1) und (2) kann man ableiten, daß die im Arbeitsgut erzeugte Leistung proportional zur Frequenz ist und wie diese anwachsen würde. Dies ist aber praktisch nicht der Fall, da ϵ'_r und $\tan \delta$ selbst Funktionen der Frequenz sind.

Nutzt man im Gegensatz dazu die Frequenzabhängigkeit der elektrischen Leitfähigkeit κ_f , die sich nach (3) berechnet, erhält man sofort eine Aussage darüber, bei welcher Arbeitsfrequenz ein ausreichend hoher Leistungsumsatz realisiert werden kann.

$$\kappa_f(f) = 2\pi f \epsilon_0 \epsilon'_r(f) \tan \delta(f) = \kappa_{G1}(\vartheta) + \kappa(\vartheta, f) \quad (3)$$

$$P = E^2 \kappa_f \quad (4)$$

Unter Nutzung von (3) ergibt sich für den Leistungsumsatz (4) ein linearer Zusammenhang zwischen elektrischer Leitfähigkeit und dem Quadrat der HF-Feldstärke im Arbeitsgut.

Während nichtmetallische Stoffe bei Raumtemperatur in der Regel eine niedrige ohmsche Leitfähigkeit κ_{G1} aufweisen, ist der Wert der reinen Wechselstromleitfähigkeit $\kappa(\vartheta, f)$ in Abhängigkeit von der Frequenz um Zehnerpotenzen größer. Bei der Erwärmung derartiger Stoffe steigen zunächst beide Anteile der Gesamtleitfähigkeit κ_f an, wobei κ_{G1} einer exponentiellen Zunahme unterliegt und bei hohen Temperaturen dominiert. Durch das lawinenartige Anwachsen der Leitfähigkeit kann mit progressiven Aufheizgeschwindigkeiten gerechnet werden.

Während bei jeglicher Art indirekter Erwärmung die endliche Wärmeleitfähigkeit des Arbeitsgutes einer raschen Erwärmung Grenzen setzt, erfolgt der Leistungsumsatz bei dielektrischer Erwärmung im Arbeitsgut selbst. Diese örtliche Fixierung der Hochtemperaturzone ist sehr vorteilhaft, da die bei Laboröfen notwendige Erwärmung eines großen Arbeitsraumes entfällt.

Elektrische Leitfähigkeit der Gemenge

Im Frequenzbereich 1 kHz...2,5 GHz wurden dekadeweise Messungen der Dielektrizitätszahl und des Verlustfaktors vorgenommen. Zusätzlich dazu wurden Messungen im Frequenzbereich 10..100 MHz bei der späteren Arbeitsfrequenz 27 MHz sowie bei 50 und 75 MHz ausgeführt. Die Bestimmung der Temperaturabhängigkeit erfolgte bei 1 MHz und 27 MHz jeweils ab Raumtemperatur bis 450 °C. Die Meßwerte von ϵ'_r und $\tan \delta$ wurden zur Berechnung der elektrischen Leitfähigkeit entsprechend Gleichung (3) benutzt. Abbildung 1 stellt eine Übersicht der untersuchten Gemenge entsprechend

ihrer elektrischen Leitfähigkeit im ausgemessenen Temperaturbereich bei 27 MHz dar.

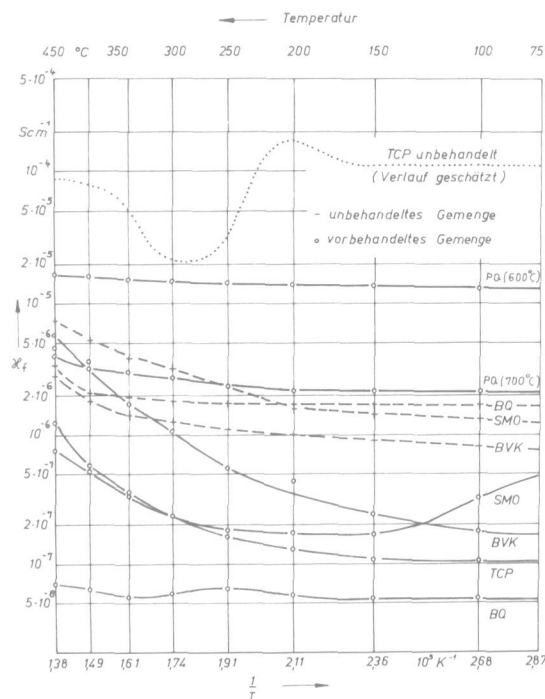


Abb. 1
Temperaturabhängigkeit
der elektr. Leitfähig-
keit bei 27 MHz

Dabei zeigt das unbehandelte TCP-Gemenge die höchste Leitfähigkeit. Danach folgen im Abstand von ca. einer Zehnerpotenz die vorbehandelten Phosphorquellscheibengemenge. Diese sind die alleinigen Vertreter von vorbehandelten Gemengen mit hoher Leitfähigkeit. Danach folgen die restlichen unbehandelten Gemenge, die eine höhere Leitfähigkeit aufweisen als die vorbehandelten Gemenge. Der Leitfähigkeitsunterschied zwischen behandeltem und vorbehandeltem SMO-Gemenge ist verschwindend gering. Große Unterschiede zwischen unbehandeltem und vorbehandeltem Zustand treten beim BQ-Gemenge auf, während das TCP-Gemenge mit drei Dekaden den größten Unterschied aufweist. Aus diesen Ergebnissen zeigt sich, daß das unbehandelte TCP-Gemenge und das 600 °C vorbehandelte PQ-Gemenge mit Abstand die höchsten elektrischen Leitfähigkeiten besitzen. Beiden Gemengen ist ein hoher Anteil an Phosphorsäure im Gemengesatz eigen, der zu den hohen Leitfähigkeitswerten beiträgt.

Es kann eindeutig ein leitfähigkeitsvermindernder Einfluß der Vorbehandlung festgestellt werden, der sich je nach Vorbehandlungstemperatur, -dauer und chemischer Zusammensetzung des Gemenges unterschiedlich auswirkt. Vom Gesichtspunkt der elektrischen Leitfähigkeit aus sind damit die Mehrzahl der unbehandelten Gemenge besser für die dielektrische Erwärmung geeignet.

Schmelzversuche

Für die Durchführung von Schmelzversuchen wurde eine spezielle HF-Schmelzanlage aufgebaut. Auf Grund bestehender, auch international geltender Verordnungen /4/ ist die Arbeitsfrequenz nicht frei wählbar, so daß durch diese Limitierung und die Verfügbarkeit von HF-Leistungsgeneratoren 27,12 MHz als Arbeitsfrequenz angewendet werden mußte. Weitere Hauptbaugruppen der Schmelzanlage sind: Leistungssteuerung, Schmelzkammer und Absaugung. Schmelzversuche wurden mit allen vorbehandelten Gemengen sowie im Dreischicht-Schmelzkondensator auch mit unbehandelten TCP-Gemengen ausgeführt.

Dabei zeigte sich für den Fall, daß die Elektroden des Schmelzkondensators direkt auf dem Gemenge liegen (Einschicht-Schmelzkondensator) nur eine geringe Temperaturerhöhung im Arbeitsgut. Beim Einbringen einer festen Zwischenschichten bzw. beim Einschalten einer Luftzwischenschicht in den Schmelzkondensator (Zweischicht-Schmelzkondensator) konnten keine wesentlich höheren Temperaturen erzielt werden. Mit dem 700 °C vorbehandelten PQ-Gemenge konnte bei Anwendung einer Schaumkorundzwischen-schicht lediglich eine größere partielle Anschmelzung erzielt werden.

Die Versuche in Ein- und Zweischicht-Schmelzkondensatoren zeigten, daß sich stets ein Teil des Gemenges (Arbeitsgut) bevorzugt erwärmt. Dieser Erwärmung folgt entweder ein Durchschlag oder eine partielle Schmelze. In beiden Fällen ergibt sich dadurch ein vorzeitiger Verfahrensabbruch, ohne daß sich die restlichen Gemengeteile wesentlich erwärmten.

Erst die Versuche mit Dreischicht-Schmelzkondensatoren führten zum gleichmäßigen Glühen des Arbeitsgutes. Die feste Zwischenschicht wurde in diesem Falle durch einen speziellen Schmelztiegel realisiert, in dem sich verfestigtes Gemenge befand. Zwischen den Tiegelwänden und den Elektroden des Schmelzkondensators bestand ein definierter Luftspalt.

Ergebnisse

Für das unbehandelte TCP-Gemenge und das 600 °C vorbehandelte PQ-Gemenge sind erste orientierende Glüh- und Schmelzversuche im Dreischicht-Schmelzkondensator erfolgt.

Dabei erreichte das unbehandelte TCP-Gemenge Endtemperaturen im Bereich von 1250...1350 °C. Die Glühdauer im angegebenen Temperaturbereich betrug ca. 600 s. Im Ergebnis entstand ein Tricalciumphosphat, das rund 75 % α -Ca₃(PO₄)₂ enthält.

Für das 600 °C vorbehandelte PQ-Gemenge kann die Endtemperatur im Bereich von 1400...1500 °C angenommen werden. Die Schmelzdauer lag bei 300 s.

Aus beiden Versuchen resultieren Aufheizgeschwindigkeiten von 300...350 K·min⁻¹. Diese hohen Aufheizgeschwindigkeiten reduzierten die Verdampfung von P₂O₅ insbesondere aus dem 600 °C vorbehandelten PQ-Gemenge erheblich.

Die hergestellten HF-Endprodukte zeigen zu den entsprechenden Vergleichsproben (hergestellt im Kanthal-Super-Ofen) Unterschiede hinsichtlich des Anteils und der Anzahl der darin enthaltenen kristallinen Phasen. Diese Unterschiede sind auf den vorzeitigen Abbruch der Erwärmung infolge der kurzen Standzeit des Al₂TiO₅-Tiegels im HF-Feld zurückzuführen.

Von den in den Schmelzversuchen eingesetzten Zwischenschichten Al₂O₃, Schaumkorund und Al₂TiO₅ hat sich nur Al₂TiO₅ als bedingt geeignet erwiesen.

Die Ergebnisse bestätigen die prinzipielle Möglichkeit einer kapazitiven Erwärmung von Raumtemperatur bis zu hohen Temperaturen für anorganisch-nichtmetallische Werkstoffe, deren elektrische Leitfähigkeit κ_f bei der angewendeten Arbeitsfrequenz die Forderung der Mindestleitfähigkeit erfüllt. Für eine technische Umsetzung sind noch weitere umfangreiche praktische Aufgaben zu lösen.

Literaturverzeichnis

- /1/ Spezielschmelzverfahren/ Hamann, B.; Winkler, V.-
Ilmenau: Techn. Hochschule, 1987.- 39 S.- G3-Bericht
- /2/ Festkörperdotierquellen/ Apel, H.; Hamann, B.; Hirst, H.;
Winkler, V.- In: 31. Intern. Wiss. Kolloquium TH Ilmenau.-
B5 (1986) 4.- S. 75 - 78
- /3/ Phosphor-Quellscheibe/ Winkler, V.; Hamann, B.-
Ilmenau: Techn. Hochschule, 1986.- S. 40 - 45.- Bericht
- /4/ Funkentstörung/ TGL 20885/15.- 1979.- 4 S.